

MAGNESIUM BASE ALLOY WIRE AND METHOD FOR PRODUCTION THEREOF**Publication number:** WO02099148**Publication date:** 2002-12-12**Inventor:** OISHI YUKIHIRO (JP); KAWABE NOZOMU (JP)**Applicant:** SUMITOMO ELECTRIC INDUSTRIES (JP); OISHI YUKIHIRO (JP); KAWABE NOZOMU (JP)**Classification:****- international:** B21C1/00; C22C23/02; C22C23/04; C22F1/00; C22F1/06; B21C1/00; C22C23/00; C22F1/00; C22F1/06; (IPC1-7): C22C23/02; B21C1/00; C22F1/06**- european:** B21C1/00; B21C1/00B; C22C23/02; C22F1/06**Application number:** WO2002JP04759 20020516**Priority number(s):** JP20010170161 20010605; JP20010287806 20010920; JP20010398168 20011227; JP20020027310 20020204;

JP20020027376 20020204; JP20020092965 20020328

Also published as:

EP1400605 (A1)

US2004163744 (A1)

JP2003293069 (A)

CN1513063 (A)

CA2448052 (A1)

Cited documents:

JP3087339

JP9279286

JP2000160407

JP2001269746

[Report a data error here](#)**Abstract of WO02099148**

A magnesium base alloy wire which contains 0.1 to 12.0 mass % of Al and 0.1 to 1.0 mass % of Mn, has a diameter (d) of 0.1 mm to 10.0 mm, and a length (L) of 1000d or more, and exhibits a tensile strength of 250 MPa, a reduction of area of 15 % or more and an elongation at rupture of 6 % or more; and a method for producing the magnesium base alloy wire which comprises providing a raw material having the above composition, and drawing the raw material at a temperature of 50 1/2 C or higher or drawing the raw material and then heating the resultant wire material to a temperature of 100 to 300 1/2 C; and a spring using the magnesium base alloy wire. The magnesium base alloy wire is excellent in strength and also toughness.

10 μ m

Data supplied from the esp@cenet database - Worldwide

This Page Blank (uspto)

(12)特許協力条約に基づいて公開された国際出願

(19)世界知的所有権機関
国際事務局



(43)国際公開日
2002年12月12日 (12.12.2002)

PCT

(10)国際公開番号
WO 02/099148 A1

(51)国際特許分類: C22C 23/02, C22F 1/06, B21C 1/00

(21)国際出願番号: PCT/JP02/04759

(22)国際出願日: 2002年5月16日 (16.05.2002)

(25)国際出願の言語: 日本語

(26)国際公開の言語: 日本語

(30)優先権データ:

特願2001-170161 2001年6月5日 (05.06.2001) JP

特願2001-287806 2001年9月20日 (20.09.2001) JP

特願2001-398168 2001年12月27日 (27.12.2001) JP

特願2002-27310 2002年2月4日 (04.02.2002) JP

特願2002-27376 2002年2月4日 (04.02.2002) JP

特願2002-92965 2002年3月28日 (28.03.2002) JP

(71)出願人(米国を除く全ての指定国について): 住友電気工業株式会社 (SUMITOMO ELECTRIC INDUSTRIES, LTD.) [JP/JP]; 〒541-0041 大阪府 大阪市中央区 北浜四丁目5番33号 Osaka (JP).

(72)発明者; および

(75)発明者/出願人(米国についてのみ): 大石 幸広 (OISHI,Yukihiro) [JP/JP]; 〒664-0016 兵庫県 伊丹市 昆陽北一丁目 1番1号 住友電気工業株式会社 伊丹製作所内 Hyogo (JP). 河部 望 (KAWABE,Nozomu) [JP/JP]; 〒664-0016 兵庫県 伊丹市 昆陽北一丁目 1番1号 住友電気工業株式会社 伊丹製作所内 Hyogo (JP).

(74)代理人: 上代 哲司, 外 (JODAI,Tetsuji et al.); 〒554-0024 大阪府 大阪市此花区 島屋一丁目1番3号 住友電気工業株式会社内 Osaka (JP).

(81)指定国(国内): AE, AG, AL, AM, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BR, BY, BZ, CA, CH, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK,

/統葉有/

(54)Title: MAGNESIUM BASE ALLOY WIRE AND METHOD FOR PRODUCTION THEREOF

(54)発明の名称: マグネシウム基合金ワイヤおよびその製造方法



10 μm

(57)Abstract: A magnesium base alloy wire which contains 0.1 to 12.0 mass % of Al and 0.1 to 1.0 mass % of Mn, has a diameter (d) of 0.1 mm to 10.0 mm, and a length (L) of 1000d or more, and exhibits a tensile strength of 250 MPa, a reduction of area of 15 % or more and an elongation at rupture of 6 % or more; and a method for producing the magnesium base alloy wire which comprises providing a raw material having the above composition, and drawing the raw material at a temperature of 50°C or higher or drawing the raw material and then heating the resultant wire material to a temperature of 100 to 300°C; and a spring using the magnesium base alloy wire. The magnesium base alloy wire is excellent in strength and also toughness.

/統葉有/

WO 02/099148 A1



DM, DZ, EC, EE, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, HR, HU, ID, IL, IN, IS, KE, KG, KP, KR, KZ, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LV, MA, MD, MG, MK, MN, MW, MX, MZ, NO, NZ, OM, PH, PL, PT, RO, RU, SD, SE, SG, SI, SK, SL, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VN, YU, ZA, ZM, ZW.

LU, MC, NL, PT, SE, TR), OAPI 特許 (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

添付公開書類:
— 國際調査報告書

(84) 指定国(広域): ARIPO 特許 (GH, GM, KE, LS, MW, MZ, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), ユーラシア特許 (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), ヨーロッパ特許 (AT, BE, CH, CY, DE, DK, ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT,

2 文字コード及び他の略語については、定期発行される各PCTガゼットの巻頭に掲載されている「コードと略語のガイダンスノート」を参照。

(57) 要約:

強度と韌性に優れたマグネシウム基合金のワイヤと、その製造方法、ならびにマグネシウム基合金ワイヤを用いたばねを提供する。

質量%で、Al : 0.1~12.0%、Mn : 0.1~1.0%を含むマグネシウム基合金ワイヤで、次の構成を具える。

直径 d が 0.1mm 以上 10.0mm 以下

長さ L が 1000d 以上

引張強度が 250MPa 以上

絞りが 15% 以上

伸びが 6% 以上

このようなワイヤは、加工温度 50°C 以上にて引き抜き加工したり、引き抜き加工を施した後、100°C 以上 300°C 以下の温度に加熱することで得られる。

明細書

マグネシウム基合金ワイヤおよびその製造方法

5 技術分野

本発明は、高韌性のマグネシウム基合金ワイヤおよびその製造方法に関するものである。さらに、マグネシウム基合金ワイヤを用いたばねに関するものである。

背景技術

10 マグネシウム基合金は、アルミニウムよりも軽く、比強度、比剛性が鋼やアルミニウムよりも優れており、航空機部品、自動車部品などの他、各種電気製品のボディーなどにも広く利用されている。

しかし、Mg およびその合金は、最密六方格子構造であるため延性に乏しく、塑性加工性が極めて悪い。そのため、Mg およびその合金のワイヤを得ることは極め 15 困難であった。

また、鋳造材の熱間圧延や熱間押出しによって丸棒が得られるものの、韌性がなく、絞り値は 15% に満たないので、例えば冷間でのばね加工などには適さなかつた。さらに、マグネシウム基合金を構造材に適用する場合、一般的な構造材と比較して、YP 比 (0.2% 耐力 / 引張強度) や捻り降伏比 $\tau_{0.2} / \tau_{max}$ (捻り試験における 0.2% 耐力 $\tau_{0.2}$ の最大せん断応力 τ_{max} に対する比) が劣る。 20

一方、特開平 7-3375 号公報には、Mg—Zn—X 系 (X : Y, Ce, Nd, Pr, Sm, Mm) の高強度のマグネシウム基合金が開示され、600MPa～726MPa の強度を得ている。また、韌性に関しては、密着曲げのテストが行なわれている。

しかし、ここで得られる材料形状は、直径 6mm、長さ 270mm の短い棒材にすぎず、記述されている方法 (粉末の押し出し) で長尺のワイヤを得ることはできない。また、Y, La, Ce, Nd, Pr, Sm, Mm 等の添加元素を数原子%オーダーで含むため、高コストであるだけでなく、リサイクル性にも劣る。 25

さらに、Journal of materials science letters 20, 2001, 457-459 には、AZ91 合金の鋳造材における疲労強度の記述があり、約 20MPa 程度と極めて低い。

日本機械学会第 72 期全国大会公演論文集 I、P35～P37 には、AZ21 合金押し出し材の回転曲げ疲労試験結果が記述されており、 10^7 回までの評価ではないものの、100MPa の疲労強度であることを示している。また、軽金属学会第 99 回秋期大会

5 公演概要（2000）P73～P74 には、AE40、AM60 および ACaSr6350p のチクソモールディングによる成形材の回転曲げ疲労特性が記述されている。しかし、室温での疲労強度は、それぞれ 65MPa、90MPa、100MPa である。すなわち、マグネシウム基合金の回転曲げ疲労強度では、100MPa を越える疲労強度は得られていない。

発明の開示

10 本発明の主目的は、強度と韌性に優れたマグネシウム基合金のワイヤと、その製造方法、ならびにマグネシウム基合金ワイヤを用いたばねを提供することにある。

また、本発明の他の目的は、YP 比や $\tau_{0.2} / \tau_{max}$ が高いマグネシウム基合金のワイヤと、その製造方法を提供することにある。

15 さらに、本発明の別の目的は、100MPa を越える高い疲労強度を有するマグネシウム基合金ワイヤと、その製造方法を提供することにある。

本発明者らは、通常は困難なマグネシウム基合金の引き抜き加工について種々の検討を行った結果、引き抜き加工時の加工温度を特定し、さらに必要に応じて所定の熱処理を組み合わせることで、強度と韌性に優れるワイヤを得ることができることを見出し、本発明を完成するに至った。

（マグネシウム基合金ワイヤ）

すなわち、本発明マグネシウム基合金ワイヤの第 1 の特徴は、下記の(A)～(E)のいずれかの化学成分からなるマグネシウム基合金ワイヤであって、直徑 d を

25 0.1mm 以上 10.0mm 以下、長さ L を 1000d 以上、引張強度を 220MPa 以上、絞りを 15% 以上、伸びを 6% 以上としたことにある。

(A) 質量 % で、Al : 2.0～12.0%、Mn : 0.1～1.0% を含むマグネシウム基合金

(B) 質量 % で、Al : 2.0～12.0%、Mn : 0.1～1.0% を含み、さらに Zn : 0.5～2.0%、Si : 0.3～2.0% から選択される元素を 1 種以上含むマグネシウム基合金

(C) 質量%で、Zn : 1.0～10.0%、Zr : 0.4～2.0%を含むマグネシウム基合金
(D) 質量%で、Zn : 1.0～10.0%、Zr : 0.4～2.0%を含み、さらに Mn : 0.5～2.0%
を含むマグネシウム基合金
(E) 質量%で、Zn : 1.0～10.0%、希土類元素 : 1.0～3.0%を含むマグネシウム
5 基合金

このワイヤに用いられるマグネシウム基合金には、鋳造用マグネシウム基合金と展伸用マグネシウム基合金のいずれも利用することができる。より具体的には、例えば、ASTM 記号における AM 系、AZ 系、AS 系、ZK 系、EZ 系などが利用できる。上記化学成分の他には Mg および不純物が含まれる合金として利用されることが一般的である。不純物には、Fe、Si、Cu、Ni、Ca などが挙げられる。

AM 系における AM60 は Al : 5.5～6.5%、Zn : 0.22%以下、Cu : 0.35%以下、Mn : 0.13%以上、Ni : 0.03%以下、Si : 0.5%以下を含有するマグネシウム基合金である。AM100 は Al : 9.3～10.7%、Zn : 0.3%以下、Cu : 0.1%以下、Mn : 0.1～0.35%、Ni : 0.01%以下、Si : 0.3%以下を含有するマグネシウム基合金である。

AZ 系における AZ10 は質量%で Al : 1.0～1.5%、Zn : 0.2～0.6%、Mn : 0.2%以上、Cu : 0.1%以下、Si : 0.1%以下、Ca : 0.4%以下を含有するマグネシウム基合金である。AZ21 は質量%で Al : 1.4～2.6%、Zn : 0.5～1.5%、Mn : 0.15～0.35%、Ni : 0.03%以下、Si : 0.1%以下を含有するマグネシウム基合金である。AZ31 は Al : 2.5～3.5%、Zn : 0.5～1.5%、Mn : 0.15%～0.5%、Cu : 0.05%以下、Si : 0.1%以下、Ca : 0.04%以下を含有するマグネシウム基合金である。AZ61 は Al : 5.5～7.2%、Zn : 0.4～1.5%、Mn : 0.15～0.35%、Ni : 0.05%以下、Si : 0.1%以下を含有するマグネシウム基合金である。AZ91 は Al : 8.1～9.7%、Zn : 0.35～1.0%、Mn : 0.13%以上、Cu : 0.1%以下、Ni : 0.03%以下、Si : 0.5%以下を含有するマグネシウム基合金である。

AS 系における AS21 は、質量%で Al : 1.4～2.6%、Zn : 0.1%以下、Cu : 0.15%以下、Mn : 0.35～0.60%、Ni : 0.001%、Si : 0.6～1.4%を含有するマグネシウム基合金である。AS41 は Al : 3.7～4.8%、Zn : 0.1%以下、Cu : 0.15%以下、Mn : 0.35～0.60%、Ni : 0.001%以下、Si : 0.6～1.4%を含有するマグネシウム基合金である。

ZK 系における ZK60 は Zn : 4.8~6.2%、Zr : 0.4%以上を含有するマグネシウム基合金である。

EZ 系における EZ33 は Zn : 2.0~3.1%、Cu : 0.1%以下、Ni : 0.01%以下、RE : 2.5~4.0%、Zr : 0.5~1%を含有するマグネシウム基合金である。ここで、RE は
5 希土類元素であり、通常は Pr と Nd の混合物が利用されることが多い。

マグネシウム単体では十分な強度を得ることが難しいが、上記の化学成分を含むことで好ましい強度が得られる。また、後述する製造方法により韌性にも優れたワイヤを得ることができる。

そして、上記の引張強度、絞り、伸びを具えることで、強度と韌性を兼ね備え、
10 ばね加工などの後加工を容易に行うことができる。より好ましい引張強度は AM 系、AZ 系、AS 系、ZK 系では 250MPa 以上、さらに好ましくは 300MPa 以上、特に好ましくは 330MPa 以上である。EZ 系でのより好ましい引張強度は 250MPa 以上である。

また、より好ましい絞りは 30%以上、特に好ましくは 40%以上である。中でも、
15 AZ31 は絞り 40%以上を達成するのに好適な化学成分である。さらに、Al : 0.1~2.0%未満、Mn : 0.1~1.0%を含むマグネシウム基合金も絞り 30%以上を達成するのに好ましい化学成分である。Al : 0.1~2.0%未満、Mn : 0.1~1.0%を含むマグネシウム基合金のより好ましい絞りは 40%以上、特に好ましい絞りは 45%以上である。そして、より好ましい伸びは 10%以上、引張強度は 280MPa 以上である。
20 本発明マグネシウム基合金ワイヤの第 2 の特徴は、上記の化学成分のマグネシウム基合金ワイヤであって、YP 比を 0.75 以上としたことにある。

YP 比は「0.2%耐力／引張強度」で表される比率である。マグネシウム基合金を構造材として適用する場合、高強度であることが望まれる。その際、実際の使用限界は引張強度ではなく 0.2%耐力の大きさによって決定されることから、高
25 強度のマグネシウム基合金を得るためにには、引張強度の絶対値を上げることだけでなく、YP 比を大きくする必要がある。従来、AZ10 合金や AZ21 合金などの展伸材では、熱間押し出しによって丸棒が得られてはいるが、その引張強度は 200~240MPa であり、YP 比（0.2%耐力／引張強度）は 0.5~0.75 未満である。本発明では、引き抜き加工時、加工温度、加工温度への昇温速度、加工度、線速を特定

したり、引き抜き加工後に所定の熱処理を施すことで YP 比が 0.75 以上のマグネシウム基合金ワイヤを得ることができる。

例えば、加工温度への昇温速度:1°C/sec~100°C/sec、加工温度:50°C以上 200°C 以下(より好ましくは 150°C 以下)、加工度:10%以上、線速:1m/sec 以上で引き抜き加工を行うことで、YP 比が 0.90 以上のマグネシウム基合金ワイヤを得ることができる。さらに、上記引き抜き加工後に冷却し、温度:150°C 以上 300°C 以下、保持時間:5min 以上の熱処理を施すことで、YP 比が 0.75 以上 0.90 未満のマグネシウム基合金ワイヤを得ることができる。YP 比は大きい方が強度に優れるが、後加工が必要な場合には加工性に劣ることになるため、0.75 以上 0.90 未満のマグネシウム基合金ワイヤは、特に製造性をも考慮すると実用的である。より好ましい YP 比は 0.80 以上 0.90 未満である。

本発明マグネシウム基合金ワイヤの第 3 の特徴は、上記の化学成分のマグネシウム基合金ワイヤであって、捻り試験における 0.2% 耐力 $\tau_{0.2}$ の最大せん断応力 τ_{max} に対する比 $\tau_{0.2}/\tau_{max}$ を 0.50 以上としたことにある。

コイルばねのような捻り特性が影響する用途に関しては、引っ張り時の YP 比だけでなく、捻り降伏比、すなわち $\tau_{0.2}/\tau_{max}$ の大きいことが重要となる。本発明では、引き抜き加工時、加工温度、加工温度への昇温速度、加工度、線速を特定したり、引き抜き加工後に所定の熱処理を施すことで $\tau_{0.2}/\tau_{max}$ が 0.50 以上のマグネシウム基合金ワイヤを得ることができる。

例えば、加工温度への昇温速度:1°C/sec~100°C/sec、加工温度:50°C以上 200°C 以下(より好ましくは 150°C 以下)、加工度:10%以上、線速:1m/sec 以上で引き抜き加工を行うことで、 $\tau_{0.2}/\tau_{max}$ が 0.60 以上のマグネシウム基合金ワイヤを得ることができる。さらに、上記引き抜き加工後に冷却し、さらに温度:150°C 以上 300°C 以下、保持時間:5min 以上の熱処理を施すことで、 $\tau_{0.2}/\tau_{max}$ が 0.50 以上 0.60 未満のマグネシウム基合金ワイヤを得ることができる。

本発明マグネシウム基合金ワイヤの第 4 の特徴は、上記化学成分のマグネシウム基合金ワイヤであって、ワイヤを構成する合金の平均結晶粒径を 10 μm 以下としたことにある。

マグネシウム基合金の平均結晶粒径を微細化し、強度と韌性がバランスしたマ

グネシウム基合金ワイヤとすることで、ばね加工などの後加工を容易に行うことができる。平均結晶粒径の制御は、主に引き抜き加工時の加工温度を調整することにより行う。

特に、平均結晶粒径が $5 \mu\text{m}$ 以下の微細な組織とすれば、より一層強度と韌性が
5 バランスしたマグネシウム基合金ワイヤを得ることができる。平均結晶粒径が $5 \mu\text{m}$ 以下の微細な結晶構造は、引き抜き加工後に好ましくは 200°C 以上 300°C 以下、さらに好ましくは 250°C 以上 300°C 以下の熱処理を施すことによって得ることができる。さらに、平均結晶粒径が $4 \mu\text{m}$ 以下の微細な結晶構造は、疲労特性を向上させることができる。

10 本発明マグネシウム基合金ワイヤの第 5 の特徴は、上記化学成分のマグネシウム基合金ワイヤであって、ワイヤを構成する合金の結晶粒径が、微細な結晶粒と粗大な結晶粒の混粒組織としたことにある。

結晶粒を混粒組織とすることで、強度と韌性を兼ね備えたマグネシウム基合金ワイヤを得ることができる。混粒組織の具体例としては、 $3 \mu\text{m}$ 以下の平均粒径を持つ微細な結晶粒と、 $15 \mu\text{m}$ 以上の平均粒径を持つ粗大な結晶粒との混合組織が挙げられる。中でも $3 \mu\text{m}$ 以下の平均粒径を有する結晶粒の面積率を全体の 10% 以上とすることで、一層強度と韌性に優れるマグネシウム基合金ワイヤを得ることができる。このような混粒組織は後述する引き抜き加工と熱処理の組合せにより得ることができる。特に、その熱処理は $100\sim200^\circ\text{C}$ で行うことが好ましい。

20 本発明マグネシウム基合金ワイヤの第 6 の特徴は、上記の化学成分のマグネシウム基合金ワイヤであって、ワイヤを構成する合金の表面粗さを $Rz \leq 10 \mu\text{m}$ としたことにある。

表面が平滑なマグネシウム基合金ワイヤを得ることで、このワイヤを用いてばね加工なども容易に行うことができる。ワイヤ表面粗さの制御は、主に引き抜き加工時の加工温度を調整することにより行うことができる。その他、引き抜き速度や潤滑剤の選定などの伸線条件によっても表面粗さは影響を受ける。

本発明マグネシウム基合金ワイヤの第 7 の特徴は、上記の化学成分のマグネシウム基合金ワイヤであって、ワイヤ表面の軸方向残留引張応力を 80MPa 以下としたことにある。

ワイヤ表面の軸方向残留引張応力が 80MPa 以下であれば、後工程での変形加工や切削加工における加工精度を十分に確保することができる。軸方向残留引張応力の調整は、引き抜き加工条件（温度、加工度）およびその後の熱処理条件（温度、時間）などで調整することができる。特に、ワイヤ表面の軸方向残留引張応力 5 を 10MPa 以下とすることで、疲労特性に優れたマグネシウム基合金ワイヤを得ることができる。

本発明マグネシウム基合金ワイヤの第 8 の特徴は、上記の化学成分のマグネシウム基合金ワイヤであって、圧縮引張の繰り返し振幅応力を 1×10^7 回付与した場合の疲れ強さが 105MPa 以上としたことにある。

10 このような疲労特性を具えるマグネシウム基合金ワイヤを得ることで、高い疲労特性が要求されるばね、携帯家電製品の補強用フレーム、ねじなどの幅広い分野にマグネシウム基合金を利用することができます。この疲労特性を具えたマグネシウム基合金ワイヤは、引き抜き加工後に 150~250°C の熱処理を行うことで得る 15 ことができる。

本発明マグネシウム基合金ワイヤの第 9 の特徴は、上記の化学成分のマグネシウム基合金ワイヤであって、ワイヤの偏径差を 0.01mm 以下としたことにある。偏径差は、ワイヤの同一断面における径の最大値と最小値との差である。偏径差を 20 0.01mm 以下とすることで、自動溶接機での利用を容易にすることができます。また、ばね用ワイヤでは、偏径差を 0.01mm 以下とすることで、安定したばね加工が可能になり、ばね特性が安定する。

本発明マグネシウム基合金ワイヤの第 10 の特徴は、上記の化学成分のマグネシウム基合金ワイヤであって、ワイヤの横断面形状を非円形としたことにある。

ワイヤの断面形状は最も一般的には円形である。しかし、韌性にも優れる本発明ワイヤでは円形に限らず、断面が楕円や矩形・多角形の異形ワイヤとすること 25 も容易にできる。ワイヤの断面形状を非円形にするには、ダイスの形状を変えることで容易に対応できる。このような異形ワイヤは眼鏡フレームや携帯電子機器のフレーム補強材等への適用に適する。

(マグネシウム基合金溶接線)

上記のワイヤは溶接線として利用することができる。特に、リールに巻き取った溶接線を引き出して自動溶接機において使用するのに好適である。溶接線としては、化学成分を AM 系、AZ 系、AS 系、ZK 系のマグネシウム合金線、特に上記化学成分 (A)～(C) とすることが好適である。また、線径は 0.8～4.0mm とすることが好ましい。さらに、引張強度も 330MPa 以上とすることが望ましい。このような線径と引張強度を具えることで、溶接線としてリールへの巻き取りや引き出しが支障なく行える。

(マグネシウム基合金ばね)

10 本発明マグネシウム基合金ばねは、上記のマグネシウム基合金ワイヤをばね加工したことを特徴とする。

上述のマグネシウム基合金ワイヤは強度と韌性の双方を兼備しているため、何ら支障なくばね加工することができる。特に、冷間にてばね加工を行うこともできる。

15

(マグネシウム基合金ワイヤの製造方法)

そして、本発明マグネシウム基合金ワイヤの製造方法は、上記(A)～(E)のいずれかの化学成分からなるマグネシウム基合金の原料母材を用意する工程と、この原料母材を引き抜き加工することで線状に加工する工程とを具えることを特徴とする。

本発明方法により、ばね加工等の後加工が容易であり、携帯家電製品等の補強用フレーム材や、長尺の溶接機、ねじ等として有効利用できるワイヤを得ることができる。特に、直径の 1000 倍以上の長さを有するワイヤを容易に製造することができる。

25 原料母材は、鋳造または押出しなどにより得られたバルク材や棒材を利用することができる。引き抜き加工は、原料母材を穴ダイスもしくはローラーダイス等に通すことで行う。この引き抜き加工は、加工温度を 50°C 以上、より好ましくは 100°C 以上として加工を行うことが好ましい。加工温度を 50°C 以上とすることでワイヤの加工が容易となる。但し、加工温度が高くなると、強度低下を招くため、

加工温度は300°C以下が好ましい。より好ましい加工温度は200°C以下、さらに好ましい加工温度は150°C以下である。本発明では、ダイスの前にヒータを設置して、ヒータの加熱温度を加工温度としている。

この加工温度への昇温速度は、1°C/sec～100°C/sec とすることが好ましい。
5 引き抜き加工の線速は 1m/min 以上が好適である。

引き抜き加工は、穴ダイスまたはローラダイスを複数用いて、多段階に行うことでもできる。この繰り返し多パスの引き抜き加工を行うことで、より細径のワイヤを得ることができる。特に、直径 6mm 未満のワイヤも容易に得られる。

10 一回の引き抜き加工における断面減少率は 10%以上が好ましい。低加工度では得られる強度が小さいため、10%以上の断面減少率の加工を行うことで、容易に適切な強度と韌性のワイヤを得ることができる。より好ましい 1 パス当たりの断面減少率は 20%以上である。ただし、加工度が大きくなりすぎると実際に加工できないため、1 パス当たりの断面減少率の上限は 30%程度以下である。

15 さらに、引き抜き加工におけるトータルの断面減少率は 15%以上であることが好適である。より好ましいトータル断面減少率は 25%以上である。このようなトータル断面減少率の引き抜き加工と後述する熱処理との組合せにより、金属組織を混粒組織または微細結晶化でき、強度と韌性を兼ね備えたワイヤを得ることが可能になる。

また、引き抜き加工後の冷却速度は 0.1°C/sec 以上が好ましい。この下限値を
20 下回ると結晶粒の成長を促進してしまう。冷却手段には衝風などが挙げられ、速度の調整は風速、風量などにより行うことができる。

さらに、引き抜き加工の後、ワイヤを 100°C 以上 300°C 以下に加熱することで、
25 韌性を向上させることができる。より好ましい加熱温度は 150°C 以上 300°C 以下である。この加熱温度の保持時間は 5～20 分程度が好ましい。この加熱焼鈍は、引き抜き加工で導入された歪みの回復及び再結晶を促進させる。この引き抜き加工後の焼鈍を行う場合、引き抜き加工温度は 50°C 未満でも良い。引き抜き加工温度を 30°C 以上程度とすることで、引き抜き加工自体は可能であり、その後に焼鈍を施すことで韌性を大幅に改善することができる。

すなわち、引き抜き加工後の焼鈍を行うことで、伸びが 12%以上、絞りが 40%

以上、YP 比が 0.75 以上 0.90 未満および $\tau_{0.2} / \tau_{max}$ が 0.50 以上 0.60 未満の少なくとも一つの特性を具えたマグネシウム基合金を得ることに好適である。

さらに、①圧縮引張の繰り返し振幅応力を 1×10^7 回付与した場合の疲れ強さが 105MPa 以上であるマグネシウム基合金ワイヤ、②ワイヤ表面の軸方向残留引張応力 5 を 10MPa 以下としたマグネシウム基合金ワイヤ、③平均結晶粒径 $4 \mu m$ 以下のマグネシウム基合金ワイヤを得るには、引き抜き加工後に 150～250°C の熱処理を行うことが好適である。

図面の簡単な説明

10 図 1 は、本発明ワイヤの光学顕微鏡による組織写真である。

発明を実施するための最良の形態

以下、本発明の実施の形態を説明する。

(実施例 1)

15 質量%で、Al : 3.0%、Zn : 1.0%、Mn : 0.15%を含み、残部が Mg および不純物からなるマグネシウム合金 (ASTM 記号 AZ-31 合金相当材) の押出材 ($\phi 6.0mm$) を用いて、種々の条件で穴ダイスによる引き抜き加工を行い、ワイヤを作製した。加工温度は、穴ダイス前に設置したヒータの加熱温度とした。加工温度への昇温速度は 1～10°C/sec、引き抜き加工の線速は 2m/min である。また、引き抜き加工 20 後の冷却は衝風冷却にて行った。平均結晶粒径は、ワイヤの断面組織を顕微鏡にて拡大し、視野内における複数の結晶の粒径を測定して、その平均値を求めた。引き抜き加工後のワイヤの直径は 4.84～5.85mm (断面減少率 19% の加工では 5.4mm、断面減少率 5～35% では 5.85～4.84mm) である。加工温度を変化させた場合に得られたワイヤの特性を表 1 に、断面減少率を変化させた場合に得られたワ 25 イヤの特性を表 2 に示す。

表 1

合金種	加工溫度 °C	断面減少率 %	冷却速度 °C/sec	引張強度 MPa	破断伸び %	絞り % μ m	
						加工無し	256 4.9 加工できず
AZ31 本発明例	比較例	20	19	10			
	50	19	10	380	8.1	51.2	5.0
	100	19	10	320	8.5	54.5	6.5
	150	19	10	318	9.3	53.4	7.2
	200	19	10	310	9.9	52.6	7.9
	250	19	10	295	10.2	53.8	8.7
	300	19	10	280	10.2	54.0	9.2
	350	19	10	280	10.2	53.2	9.8

表 2

合金種	加工温度 ℃	断面減少率 %	冷却速度 ℃/sec	引張強度 MPa		破断伸び %	絞り %	結晶粒径 μm
				加工無し				
AZ31	比較例	100	5	10	256	4.9	19.0	29.2
		100	10.5	10	280	5.2	30.0	13.5
	本発明例	100	19	10	310	8.2	45.0	6.7
		100	27	10	320	8.5	54.5	6.5
		100	35	10	340	9.0	50.0	6.3
				加工できず				

表 1 をみると、引き抜き加工前の押出材の韌性は、絞り 19%、伸び 4.9% である。これに対して、50℃以上の温度で引き抜き加工を行った本発明例は、50%以上の絞り値と 8%以上の伸びを有している。更には、引き抜き加工前の強度を上

回っており、強度を上げた状態で、高韌性化が達成されている。

また、引き抜き加工温度が 250°C以上では、強度の上昇率は小さい。従って、50°Cから 200°Cの加工温度で、優れた強度と韌性バランスを示すことがわかる。

一方、20°Cの室温での引き抜き加工は、断線のため加工できなかった。

5 表 2 をみると、断面減少率 5%の加工度では、絞り、伸び共に低い値であるが、10%以上の加工度になると 40%以上の絞り値、8%以上の伸びを得ている。また、断面減少率 35%の加工度では引き抜き加工はできなかった。このことから加工度 10%以上 30%以下の引き抜き加工によって優れた韌性を示すことがわかる。

10 得られたワイヤは、長さが直径の 1000 倍以上であり、多パスの繰り返し加工も可能であった。また、本発明例の平均結晶粒径は、いずれも 10 μm 以下、表面粗さ Rz は、10 μm 以下であった。さらに、ワイヤ表面の軸方向残留引張応力を X 線回折法により求めたところ、本発明例はいずれも 80MPa 以下であった。

(実施例 2) 質量%で、Al : 6.4%、Zn : 1.0%、Mn : 0.28%を含み、残部が
15 Mg および不純物からなるマグネシウム合金 (ASTM 記号 AZ-61 合金相当材) の押出材 (φ 6.0mm) を用いて、種々の条件で穴ダイスによる引き抜き加工を行った。加工温度は、穴ダイス前に設置したヒータの加熱温度とした。加工温度への昇温速度は 1~10°C/sec、引き抜き加工の線速は 2m/min である。また、引き抜き加工後の冷却は衝風冷却にて行った。平均結晶粒径は、ワイヤの断面組織を顕微鏡にて
20 拡大し、視野内における複数の結晶の粒径を測定して、その平均値を求めた。引き抜き加工後のワイヤの直径は 4.84~5.85mm (断面減少率 19%の加工では 5.4mm、断面減少率 5~35%では 5.85~4.84mm) である。加工温度を変化させた場合に得られたワイヤの特性を表 3 に、断面減少率を変化させた場合に得られたワイヤの特性を表 4 に示す。

表 3

合金種	加工温度 ℃	断面減少率 %	冷却速度 ℃/sec	引張強度		破断伸び %	絞り %	結晶粒径 μm
				20 加工無し	282 加工できず			
AZ61	比較例	20	19	10	282	3.8	15.0	28.6
	50	19	10	430	8.2	52.2	4.8	
	100	19	10	380	8.6	55.4	6.3	
	150	19	10	372	9.1	53.2	7.5	
	200	19	10	365	9.8	52.8	7.9	
	250	19	10	340	10.3	52.7	8.3	
	300	19	10	301	10.1	53.2	9.1	
	350	19	10	290	10.0	54.1	9.9	

表 4

合金種	加工温度 °C	断面減少率 %	冷却速度 °C/sec	引張強度 MPa	破断伸び %	絞り %	結晶粒径 μm
AZ61 本発明例	比較例	100	5	282	3.8	15.0	28.6
		100	10.5	302	4.9	28.0	13.1
		100	19	350	8.3	44.3	6.5
		100	27	380	8.8	55.4	6.3
		100	35	430	8.9	49.9	6.2
						加工できず	

表 3 をみると、引き抜き加工前の押出材の韌性は、絞り 15%、伸びも 3.8% と
 5 低い。これに対して、50°C 以上の温度で引き抜き加工を行った本発明例は、50%
 以上の絞り値と 8% 以上の伸びを有している。更には、引き抜き加工前の強度を

上回っており、強度を上げた状態で、高韌性化が達成されている。

また、引き抜き加工温度が 250°C以上では、強度の上昇率は小さい。従って、50°Cから 200°Cの加工温度で、優れた強度と韌性のバランスを示すことがわかる。一方、20°Cの室温での引き抜き加工は、断線のため加工できなかった。

5 表 4 をみると、断面減少率 5%の加工度では、絞り、伸び共に低い値であるが、10%以上の加工度になると 40%以上の絞り値、8%以上の伸びを得ている。また、断面減少率 35%の加工度では引き抜き加工はできなかった。このことから加工度 10%以上 30%以下の引き抜き加工によって優れた韌性を示すことがわかる。

得られたワイヤは、長さが直径の 1000 倍以上であり、多パスの繰り返し加工も 10 可能であった。また、本発明例の平均結晶粒径は、いずれも 10 μm 以下、表面粗さ Rz は、10 μm 以下であった。

(実施例 3) 実施例 1 および 2 で得られたワイヤおよび、同径の押出材を用いてばね加工を行った。直径 5.0mm のワイヤを用い、バネ外径 40mm のばね加工を行い、ばね加工の可否と材料の平均結晶粒径および表面粗さとの関係を調べた。平均結晶粒径の調整及び表面粗さの調整は主に引き抜き加工時の加工温度の調整により行った。本発明例における加工温度は 50~200°Cである。平均結晶粒径は、ワイヤの断面組織を顕微鏡にて拡大し、視野内における複数の結晶の粒径を測定して、その平均値を求めた。表面粗さは Rz により評価した。その結果を表 5 に示す。

表 5

合金種		結晶粒径 μm	表面粗さ μm	ばね加工の可否 可=○ 否=×
AZ31	本発明例	5.0	5.3	○
		6.5	4.7	○
		7.2	6.7	○
		7.9	6.4	○
		8.7	8.8	○
		9.2	7.8	○
		9.8	8.9	○
	比較例	28.5	18.3	×
		29.3	12.5	×
AZ61	本発明例	4.8	5.1	○
		6.3	5.3	○
		7.5	6.8	○
		7.9	5.3	○
		8.3	8.9	○
		9.1	7.8	○
		9.9	8.8	○
	比較例	29.6	18.3	×
		27.5	12.5	×

(実施例 4)

5 質量%で、Al : 6.4%、Zn : 1.0%、Mn : 0.28%を含み、残部が Mg および不純物からなるマグネシウム合金 (ASTM 記号 AZ61 合金相当材) の押出材 (ϕ 6.0mm) を用いて、加工温度 35°C、断面減少率 (加工度) 27.8%の引き抜き加工を実施した。加工温度は、穴ダイス前に設置したヒータの加熱温度とした。加工温度への昇温速度は 1~10°C/sec、引き抜き加工の線速は 5m/min である。また、冷却は衝風冷却にて行った。冷却速度は 0.1°C/sec 以上である。その結果、得られたワイヤは引張強度 460MPa、絞り 15%、伸び 6%の特性を示した。このワイヤを、100°Cから 400°Cの温度で 15 分間焼鈍し、引張特性を測定した結果を表 6 に示す。

表 6

合金種		焼鈍温度 ℃	引張強度 MPa	破断伸び %	絞り %
AZ61	比較例	なし	460	6.0	15.0
	本発明例	100	430	25.0	45.0
		200	382	22.0	48.0
		300	341	23.0	40.0
		400	310	20.0	35.0

表 6 を見てわかるように、焼鈍によって若干の強度低下を伴うものの、伸び、
 5 絞りの韌性が大幅に回復することがわかる。すなわち、伸線加工後に 100～300℃
 で焼鈍すれば、330MPa 以上の引張強度を維持しつつ、韌性回復に極めて効果的で
 ある。400℃の焼鈍でも 300MPa 以上の引張強度が得られ、十分な韌性が得られて
 いる。特に、引き抜き加工後に 100～300℃焼鈍を施すことで、引き抜き加工温度
 が 50℃未満でも韌性に優れたワイヤを得ることができる。

10

(実施例 5)

質量%で、Zn : 5.5%、Zr : 0.45%を含み、残部が Mg および不純物からなるマ
 グネシウム合金 (ASTM 記号 ZK60 合金相当材) の押出材 (ϕ 6.0mm) を用いて、種々
 の条件で穴ダイスによる引き抜き加工を行った。加工温度は、穴ダイス前に設置
 15 したヒータの加熱温度とした。加工温度への昇温速度は 1～10°C/sec、引き抜き
 加工の線速は 5m/min である。また、冷却は衝風冷却にて行った。本発明例の冷却
 速度は 0.1°C/sec 以上である。平均結晶粒径は、ワイヤの断面組織を顕微鏡にて
 拡大し、視野内における複数の結晶の粒径を測定して、その平均値を求めた。軸
 方向残留引張応力は、X 線回折法により求めた。引き抜き加工後のワイヤの直径
 20 は 4.84～5.85mm(断面減少率 19%の加工では 5.4mm、断面減少率 5～35%では 5.85
 ～4.84mm) である。加工温度を変化させた場合に得られたワイヤの特性を表 7 に、

断面減少率を変化させた場合に得られたワイヤの特性を表8に示す。

表7

合金種	加工温度 ℃	断面減少率 %	冷却速度 ℃/sec	引張強度 MPa	破断伸び %	絞り %	結晶粒径 μm
比較例	20	19	10	320	20.0	13.0	31.2
ZK60	50	19	10	479	8.5	17.9	5.0
本発明例	100	19	10	452	8.3	20.1	6.8
	150	19	10	420	9.8	25.6	6.8
	200	19	10	395	9.7	32.0	8.0
	250	19	10	374	10.5	31.2	8.6
	300	19	10	362	11.2	35.4	9.3
	350	19	10	344	11.3	38.2	9.9

表8

合金種	加工温度 ℃	断面減少率 %	冷却速度 °C/sec	引張強度 MPa	破断伸び %	絞り %	結晶粒径 μm
比較例	100	5	10	320	20.0	13.0	31.2
ZK60	100	10.5	10	329	9.9	14.9	18.2
本発明例	100	19	10	402	9.8	21.5	6.5
	100	27	10	452	8.3	20.1	6.8
	100	35		340	9.0	19.5	6.3
						加工できず	

表7をみると、押出材の韌性は、絞り13%と低い。一方で、本発明である50°C以上での温度で引き抜き加工を行ったものは、強度が330MPa以上であり、大幅な強度向上が認められる。また、15%以上の絞り値と6%以上の伸び値を有している。
 5 また、250°C以上での加工では、強度の上昇率は小さい。従って、50°Cから200°C

の加工温度で、優れた強度一韌性バランスを示す。これに対して 20°C の室温での引き抜き加工は、断線のため加工できなかった。

表 8 をみると、5% の加工度では、絞り、伸び共に低い値であるが、10% 以上の加工度で強度上昇が顕著であることがわかる。また、35% の加工度では引き抜き 5 加工はできなかった。このことから加工度 10% 以上 30% 以下の引き抜き加工によってワイヤが得られる。

得られたワイヤは、長さが直径の 1000 倍以上であり、多パスの繰り返し加工も可能であった。また、本発明の平均結晶粒径は、いずれも 10 μm 以下、表面粗さ Rz は、10 μm 以下、軸方向残留引張応力は 80 MPa 以下であった。

10

(実施例 6)

実施例 5 で得られたワイヤおよび、同径の押出材を用いてばね加工を行った。ワイヤ径 5.0 mm のワイヤを用い、バネ外径 40 mm のばね加工を行い、ばね加工の可否と、材料の平均結晶粒径および表面粗さを測定した。表面粗さは Rz により評価 15 した。その結果を表 9 に示す。

表 9

合金種		結晶粒径 μm	表面粗さ μm	ばね加工の可否 可=○ 否=×
ZK60	本発明例	4.8	5.0	○
		6.3	6.8	○
		7.5	6.8	○
		7.9	8.0	○
		8.3	8.6	○
		9.1	9.3	○
		9.9	9.9	○
	比較例	30.2	19.2	×
		26.8	13.7	×

表 9 を見てわかるように、結晶粒径 10 μm 以下、表面粗さ Rz が 10 μm 以下であ

るマグネシウムワイヤは、ばね加工が可能であるが、それ以外は加工中、ワイヤ破断により加工できなかった。従って、結晶粒径 $10 \mu\text{m}$ 以下、表面粗さ Rz が $10 \mu\text{m}$ 以下である本発明のマグネシウム基合金ワイヤは、ばね加工が可能であるといえる。

5

(実施例 7)

下記に示す AZ31、AZ61、AZ91、ZK60 合金相当材の押出材 ($\phi 6.0\text{mm}$) を用意する。各化学成分の単位はすべて質量%である。

AZ31 : Al : 3.0%、Zn : 1.0%、Mn : 0.15%を含み、残部が Mg および不純物

10 AZ61 : Al : 6.4%、Zn : 1.0%、Mn : 0.28%を含み、残部が Mg および不純物

AZ91 : Al : 9.0%、Zn : 0.7%、Mn : 0.1%を含み、残部が Mg および不純物

ZK60 : Zn : 5.5%、Zr : 0.45%を含み、残部が Mg および不純物

これら押出材を用いて、 100°C の加工温度にて、15~25%/pass の加工度で ϕ 15 1.2mm まで穴ダイスにより線引き加工を実施した。加工温度は、穴ダイス前に設置したヒータの加熱温度とした。加工温度への昇温速度は $1\sim10^\circ\text{C/sec}$ 、引き抜き加工の線速は 5m/min である。また、冷却は衝風冷却にて行った。冷却速度は 0.1°C/sec 以上である。引き抜き加工時、本発明材は断線することもなく、長尺のワイヤを得ることができた。得られたワイヤは、直徑の 1000 倍以上の長さを有していた。

さらに引張試験、偏径差および表面粗さの測定を行った。偏径差は、ワイヤの同一断面における径の最大値と最小値との差である。表面粗さは Rz により評価した。各試験結果を表 10 に示す。比較材として押出材の各特性も示した。

表 10

合金種	製法	引張強度 MPa	絞り %	伸び %	偏径差 mm	表面粗さ μm
AZ31	線引き	340	50	9	0.005	4.8
AZ61	"	430	21	9	0.005	5.2
AZ91	"	450	18	8	0.008	6.2
ZK60	"	480	18	9	0.007	4.3
AZ31	押し出し	260	35	15	0.022	12.8
AZ61	"	285	35	15	0.015	11.2
AZ91	"	320	13	9	0.018	15.2
ZK60	"	320	13	20	0.021	18.3

表 10 に示すように、本発明材は引張強度が 300MPa 以上かつ絞りが 15% 以上、伸びが 6% 以上、更には、偏径差が 0.01mm 以下、表面粗さ $Rz \leq 10 \mu\text{m}$ の特徴を有することができる。

(実施例 8)

更に、引き抜き加工温度 50°C、150°C、200°C のそれぞれで、線径 $\phi 0.8$ 、 $\phi 1.6$ 、 $\phi 2.4\text{mm}$ の溶接用ワイヤを実施例 7 と同様に作製し、同様の評価を行った。その

結果、いずれも引張強度が 300MPa 以上かつ絞りが 15% 以上、伸びが 6% 以上、更には、偏径差が 0.01mm 以下、表面粗さ $Rz \leq 10 \mu m$ の特徴を有することが確認された。

また、得られたワイヤを 1.0~5.0kg 毎にリールに整列巻きをした。リールから
5 引出されたワイヤは良好な線癖を有し、手溶接、MIG、TIG 等の自動溶接で良好な溶接が期待できる。

(実施例 9) AZ-31 合金の押出材 ($\phi 8.0mm$) を用いて、加工温度 100°C にて
10 $\phi 4.6mm$ まで引き抜き加工を行い (1 パス加工度 10% 以上、トータル加工度 67%)
ワイヤを得た。加工温度は、穴ダイス前に設置したヒータの加熱温度とした。加工温度への昇温速度は 1~10°C/sec、引き抜き加工の線速は 2~10m/min である。
引き抜き加工後の冷却は衝風冷却にて行い、冷却速度は 0.1°C/sec 以上である。
得られたワイヤに 100°C~350°C にて 15min の熱処理を行った。その引張特性を表
11 に示す。ここでは、組織が混粒組織であったもの又は平均結晶粒径が 5 μm 以下であったものを「本発明例」と表示した。

表 11

合金種		加熱温度 °C	引張強度 MPa	破断伸び %	絞り %	結晶粒径 μm
AZ31	参考例	50	423	2.0	10.2	22.5
		80	418	4.0	14.3	21.2
	本発明例	150	365	10.0	31.2	混粒
		200	330	18.0	45.0	混粒
		250	310	18.0	57.5	4.0
		300	300	19.0	51.3	5.0
	参考例	350	270	21.0	47.1	10.0

表 11 をみると、熱処理温度が 80°C 以下では強度が高いものの伸び、絞りが低
20 く、韌性に乏しい。この際の結晶組織は加工組織であり、加工前の粒径を反映し

て平均粒径は $20 \mu\text{m}$ 程度である。

また、加熱温度が 150°C 以上になると、若干強度低下するものの、伸び、絞りの回復が著しく、強度、韌性にバランスのとれたワイヤが得られる。この際の結晶組織は、 150°C および 200°C の加熱温度では、平均粒径 $3 \mu\text{m}$ 以下の結晶粒と同 $15 \mu\text{m}$ 以上の結晶粒の混粒組織となっている。 250°C 以上では、結晶粒の大きさがほぼ均一な組織を呈しており、その平均粒径は表 11 に記載の通りである。平均粒径が $5 \mu\text{m}$ 以下では、強度 300MPa 以上の確保が可能である。

(実施例 10) AZ-31 合金の押出材 ($\phi 8.0\text{mm}$) を用いて、加工温度を 150°C とし、1 パス加工度 10% 以上でトータル加工度を変化させて引き抜き加工を行い、得られた線材に 200°C で 15 分熱処理して、熱処理後の材料の引張特性を評価した。引き抜き加工の加工温度は、穴ダイス前に設置したヒータの加熱温度とした。加工温度への昇温速度は $2\sim 5^{\circ}\text{C/sec}$ 、引き抜き加工の線速は $2\sim 5\text{m/min}$ である。引き抜き加工後の冷却は衝風冷却にて行い、冷却速度は 0.1°C/sec 以上とした。その結果を表 12 に示す。ここでは、組織が混粒組織であったものを「本発明例」と表示した。

表 12

合金種		加工度 %	引張強度 MPa	破断伸び %	絞り %	結晶粒径 μm
AZ31	参考例	9.8	280	9.5	41.0	18.2
	本発明例	15.6	302	18.0	47.2	混粒
		23.0	305	17.0	45.9	混粒
		34.0	325	18.0	44.8	混粒
		43.8	328	19.0	47.2	混粒
		66.9	330	18.0	45.0	混粒

表 12 を見てわかるように、トータル加工度 10%以下では、組織制御が不十分であるが、同 15%以上では、平均粒径 $3 \mu\text{m}$ 以下の結晶粒と同 $15 \mu\text{m}$ 以上の結晶粒の混合組織となっており、高強度と高韌性が両立している。

5 図 1 に加工度を 23%とした熱処理後のワイヤの光学顕微鏡による組織写真を示す。この写真から明らかなように、平均粒径 $3 \mu\text{m}$ 以下の結晶粒と同 $15 \mu\text{m}$ 以上の結晶粒の混合組織となっていることがわかり、 $3 \mu\text{m}$ 以下の結晶粒の面積率は約 15%である。本実施例で混粒組織が見られたものは、 $3 \mu\text{m}$ 以下の結晶粒の面積率がいずれも 10%以上であった。また、トータル加工度 30%以上では、より一層強
10 度も高くなり効果的である。

(実施例 11) ZK60 合金の押出材 ($\phi 6.0\text{mm}$) を用いて、加工温度 150°C にて $\phi 5.0\text{mm}$ まで引き抜き加工を行った (トータル加工度 30.6%)。加工温度は、穴ダイス前に設置したヒータの加熱温度とした。加工温度への昇温速度は $2\sim 5^\circ\text{C/sec}$ 、引き抜き加工の線速は 2m/min である。引き抜き加工後の冷却は衝風冷却にて行い、
15 冷却速度は 0.1°C/sec 以上とした。冷却後のワイヤに $100^\circ\text{C}\sim 350^\circ\text{C}$ にて 15min の熱処理を行った。熱処理後の線材の引張特性を表 13 に示す。ここでは、組織が混粒組織であったもの又は平均結晶粒径が $5 \mu\text{m}$ 以下であったものを「本発明例」と表示した。

20

表 1 3

合金種		加熱温度 $^\circ\text{C}$	引張強度 MPa	破断伸び %	絞り %	結晶粒径 μm
ZK60	参考例	50	525	3.2	8.5	17.5
		80	518	5.5	10.2	16.8
	本発明例	150	455	10.0	32.2	混粒
		200	445	15.5	35.5	混粒
		250	420	17.5	33.2	3.2
		300	395	16.8	34.5	4.8
	参考例	350	360	18.9	35.5	9.7

表 13 をみると加熱温度 80°C以下では、強度は高いものの伸び、絞りが低く、
韌性に乏しい。この際の結晶組織は、加工組織であり、加工前の粒径を反映して
粒径は 10 数 μm である。

5 また、加熱温度が 150°C以上になると、若干強度低下するものの、伸び、絞り
の回復が著しく、強度、韌性にバランスのとれたワイヤが得られる。この際の結
晶組織は、150°Cおよび 200°Cの加熱温度では、平均粒径 3 μm 以下の結晶粒と同
15 μm 以上の結晶粒の混粒組織となっている。250°C以上では均一な粒径の組織を
呈しており、粒径は表 13 に記載の通りである。平均粒径が 5 μm 以下では、強度
10 390MPa 以上の確保が可能である。

(実施例 12)

AZ31 合金、AZ61 合金、ZK60 合金の押出材 ($\phi 5.0\text{mm}$) を用いて、 $\phi 4.3\text{mm}$ まで
穴ダイスによる温間引き抜き加工を行った。加工温度は、穴ダイス前に設置した
15 ヒータの加熱温度とした。加工温度への昇温速度は 2~5°C/sec、引き抜き加工の
線速は 3m/min である。引き抜き加工後の冷却は衝風冷却にて行い、冷却速度は
0.1°C/sec 以上とした。引き抜き加工の際の加熱温度と得られたワイヤの特性を
表 14~表 16 に示す。ワイヤの特性は YP 比および捻り降伏比 $\tau_{0.2}/\tau_{\max}$ を評価し
た。YP 比は 0.2%耐力／引張強度である。捻り降伏比は、捻り試験における 0.2%
20 耐力 $\tau_{0.2}$ の最大せん断応力 τ_{\max} に対する比である。捻り試験は、チャック間距離
を 100d (d : 線の直径) とし、試験の際に求められるトルクと回転角の関係から
 $\tau_{0.2}$ 及び τ_{\max} を求めた。比較材として、押出材の特性も合わせて示す。

表 1 4

合金種		加熱温度 ℃	引張強度 MPa	0.2%耐力 MPa	YP 比	τ_{\max} MPa	$\tau_{0.2}$ MPa	$\tau_{\max}/\tau_{0.2}$ MPa
AZ31	本発明例	100	345	333	0.96	188	136	0.72
		200	331	311	0.94	186	133	0.72
		300	309	282	0.91	182	115	0.63
	比較例	押出材	268	185	0.69	166	78	0.47

表 1 5

合金種		加熱温度 ℃	引張強度 MPa	0.2%耐力 MPa	YP 比	τ_{\max} MPa	$\tau_{0.2}$ MPa	$\tau_{\max}/\tau_{0.2}$ MPa
ZK60	本発明例	100	376	359	0.96	205	147	0.72
		200	373	358	0.96	210	138	0.66
		300	364	352	0.97	214	130	0.61
	比較例	押出材	311	222	0.71	192	88	0.46

表 1 6

5 表 14～16 をみると、押出材の YP 比は、0.7 程度であるのに対し、本発明例ではいずれも 0.9 以上となっており、0.2%耐力の値は、引張強度の上昇以上に増加している。これにより、構造材として有効な特性が得られることがわかる。

また、 $\tau_{0.2}/\tau_{\max}$ 比は、押出材ではいずれの組成においても 0.5 未満であるが、
10 本発明例では 0.6 以上の高い値を示すことがわかる。この結果は、横断面が異形（非円形）である線、棒材についても同じである。

(実施例 13)

AZ31 合金、AZ61 合金、ZK60 合金の押出材 ($\phi 5.0\text{mm}$) を用いて、 $\phi 4.3\text{mm}$ まで
15 穴ダイスによる線引き加工を 50°C の温度で行った。加工温度は、穴ダイス前に設置したヒータの加熱温度とした。加工温度への昇温速度は 5～10°C/sec、引き抜

き加工の線速は 3m/min である。引き抜き加工後の冷却は衝風冷却にて行い、冷却速度は 0.1°C/sec 以上とした。冷却後のワイヤに 100~300°C×15min の熱処理を行い、ワイヤの特性として実施例 12 と同様に YP 比および捻り降伏比 $\tau_{0.2}/\tau_{max}$ を評価した。その結果を、表 17~表 19 に示す。比較材として、押出材の特性も
5 合わせて示す。

表 17

合金種	加熱温度 °C	引張強度 MPa	0.2%耐力 MPa	YP 比	伸び %	τ_{max} MPa	$\tau_{0.2}$ MPa	$\tau_{max}/\tau_{0.2}$ MPa
本発明例 AlZn	なし	335	310	0.93	7.5	187	137	0.73
	100	340	328	0.96	6.0	186	132	0.71
	150	323	303	0.94	9.0	184	129	0.7
	200	297	257	0.87	17.0	175	100	0.57
	250	280	210	0.75	19.0	174	94	0.54
	300	277	209	0.75	21.0	172	91	0.53
	比較例 押出材	268	185	0.69	16.0	166	78	0.47

表18

合金種	加熱温度 °C	引張強度 MPa	0.2%耐力 MPa	YP比	伸び %	τ_{ear} MPa	$\tau_{0.2}$ MPa	$\tau_{\text{ear}} / \tau_{0.2}$ MPa
AZ61 本発明例	なし	398	363	0.91	3.0	220	158	0.72
	100	393	364	0.93	5.0	220	154	0.7
	150	375	352	0.94	7.0	218	150	0.69
	200	370	309	0.83	18.0	212	119	0.56
	250	354	286	0.81	17.0	211	114	0.54
	300	329	248	0.75	18.0	209	107	0.51
	比較例 押出材	315	214	0.68	15.0	195	82	0.42

表19

合金種	加熱温度 °C	引張強度 MPa	0.2%耐力 MPa	YP比	伸び %	τ_{\max} MPa	$\tau_{0.2}$ MPa	$\tau_{\max}/\tau_{0.2}$ MPa
ZK60 本発明例	なし	371	352	0.95	8.0	210	153	0.73
	100	369	339	0.92	7.0	208	146	0.7
	150	355	327	0.92	9.0	205	139	0.68
	200	350	298	0.85	18.0	204	116	0.57
	250	347	285	0.82	21.0	202	111	0.55
	300	345	262	0.76	20.0	200	104	0.52
	比較例 押出材	311	222	0.71	18.0	192	88	0.46

表17～19をみると、押出材のYP比は0.7程度であるのに対し、線引きと熱処理を施した本発明例のYP比は0.75以上である。その中で、YP比を0.75以上0.90未満に制御した本発明例では、伸び値が大きく加工性が良好であることがわかる。

より大きい強度を追求すると、YP 比は 0.80 以上、0.90 未満のものが伸びとのバランスも良好でなお好ましい。

また、捻り降伏比 $\tau_{0.2}/\tau_{max}$ は、押出材ではいずれの組成においても 0.5 未満 5 であるが、線引きと熱処理を施した場合では 0.50 以上の高い値を示す。加工性を考え、伸び値を確保しようとした場合、 $\tau_{0.2}/\tau_{max}$ 比は 0.50 以上 0.60 未満が好ましいことがわかる。

これらの結果は、組成に関わらず同じ傾向を示している。また、最適な熱処理条件は、線引き加工度、加熱時間との影響を受け、線引き条件によって異なる。 10 さらに、この結果は、横断面が異形（非円形）である線、棒材についても同じである。

(実施例 14)

質量%で、Al : 1.2%、Zn : 0.4%、Mn : 0.3%を含み、残部が Mg および不純物 15 からなるマグネシウム合金 AZ10 合金の押出材 ($\phi 5.0\text{mm}$) を用いて、加工温度 100°C にて $\phi 4.0\text{mm}$ までトータル断面減少率 36% (2 パス) の引き抜き加工を行った。 この引き抜き加工には穴ダイスを用いた。また、加工温度は、穴ダイスの前にヒータを設置して、ヒータの加熱温度を加工温度としている。加工温度への昇温速度は 10°C/sec、冷却速度は 0.1°C/sec 以上、引き抜き加工の線速は 2m/min である。 20 また、引き抜き加工後の冷却は衝風冷却にて行った。その後、得られた線状体に 50°C から 350°C の温度にて 20 分の熱処理を行い、種々のワイヤを得た。

そのワイヤの引張強度、破断伸び、絞り、YP 比、 $\tau_{0.2}/\tau_{max}$ 、結晶粒径を調査した。平均結晶粒径は、ワイヤの断面組織を顕微鏡にて拡大し、視野内における複数の結晶の粒径を測定して、その平均値を求めた。結果を表 20 に示す。 $\phi 5.0\text{mm}$ の押出材の引張強度は 225MPa、韌性は、絞り 38%、伸び 9%、YP 比は 0.64、 $\tau_{0.2}/\tau_{max}$ 比は 0.55 である。

表20

合金種	No. 1	加熱温度 ℃	引張強度 MPa	破断伸び %	絞り %	0.2%耐力 MPa	YP 比	τ_{\max} MPa	$\tau_{0.2}/\tau_{\max}$	結晶粒径 μm
AZ10	1	なし	350	6.5	35.2	343	0.98	193	0.72	23.5
	2	50	348	7.5	34.5	338	0.97	195	0.73	23.5
	3	100	345	7.5	37.5	335	0.97	193	0.72	23.0
	4	150	305	13.0	45.0	271	0.89	189	0.58	混粒
	5	200	290	19.0	50.2	247	0.85	183	0.56	4.2
	6	250	285	22.5	55.2	234	0.82	185	0.56	5.0
	7	300	265	20.0	48.0	207	0.78	164	0.53	7.5
	8	350	255	18.0	48.0	194	0.76	158	0.52	9.2

加熱温度は、引き抜き加工後の熱処理温度を示している。

結晶粒径は、平均結晶粒径を示している。

表 20 から明らかなように、押出材に比べると、引き抜き加工したワイヤは強度が大幅に向かっている。加熱処理後の機械的特性をみると 100°C以下の加熱温度では線引き後の特性と大きな変化はない。150°C以上の温度では、破断伸び、絞りとも大きく上昇していることがわかる。熱処理を行わず引き抜き加工したままのワイヤと比較すると引張強度、YP 比、 $\tau_{0.2}/\tau_{max}$ 比は低下するものの、元の押出材の引張強度、YP 比、 $\tau_{0.2}/\tau_{max}$ 比を大きく上回っている。加熱処理温度が 300°C を越えると引張強度、YP 比、 $\tau_{0.2}/\tau_{max}$ 比の上昇分が小さくなり、好ましくは 300°C以下の加熱処理温度が望まれる。

ここで得られたワイヤの結晶粒径は、表 20 に示すように 150°C以上の加熱温度では 10 μm 以下、200~250°Cでは 5 μm 以下の微細な結晶粒となっていることがわかる。また、150°Cの温度では、3 μm 以下の結晶粒と 15 μm 以上の結晶粒の混粒組織となっており、3 μm 以下の結晶粒の面積率が 10%以上であった。

さらに、得られたワイヤは、長さが直径の 1000 倍以上であり、表面粗さ Rz は 10 μm 以下であった。また、ワイヤ表面の軸方向残留引張応力を X 線回折法により求めたところ、同応力は 80MPa 以下であった。さらに、偏径差は 0.01mm 以下であった。偏径差は、ワイヤの同一断面における径の最大値と最小値との差である。

そして、得られたワイヤ（φ4.0mm）を用い、室温にてバネ外径 35mm のばね加工を行ったところ、本発明ワイヤは問題なくばね加工可能であった。

20 (実施例 15)

質量%で、Al : 1.2%、Zn : 0.4%、Mn : 0.3%を含み、残部が Mg および不純物からなるマグネシウム基合金 AZ10 合金の押出材（φ5.0mm）を用いて、種々の条件で引き抜き加工を行い、種々のワイヤを得た。この引き抜き加工には穴ダイスを用いた。また、加工温度は、穴ダイスの前にヒータを設置して、ヒータの加熱温度を加工温度としている。加工温度への昇温速度は 10°C/sec、引き抜き加工の線速は 2m/min である。得られたワイヤの特性を表 21 および表 22 に示す。表 21 は断面減少率が一定で加工温度を変えた場合、表 22 は加工温度が一定で断面減少率を変えた場合の条件と結果である。本例では、1 パスのみの加工であり、ここでの「断面減少率」はトータル断面減少率である。

表 2.1

合 金 種 類	No.	加工 温 度 ℃	断面 減 少 率 %	冷却 速 度 ℃/sec	引張 強 度 MPa	破 断 伸 び %	絞 り %	0.2%耐 力 MPa	Y P 比	τ_{\max} MPa	$\tau_{0.2}$ MPa	$\tau_{0.2}/\tau_{\max}$
	1-1		加工なし		205	9.0	38.0	131	0.64	113	62	0.55
	1-2	20	19									加工できず*
AZ10	1-3	50	19	10	321	7.0	35.2	315	0.98	177	129	0.73
	1-4	100	19	10	310	10.0	40.0	301	0.97	174	123	0.71
	1-5	150	19	10	292	10.0	45.2	277	0.95	166	117	0.70
	1-6	200	19	12	285	10.5	42.1	268	0.94	165	112	0.68
	1-7	250	19	12	271	11.0	48.2	249	0.92	160	104	0.65
	1-8	300	19	15	265	11.5	49.3	244	0.92	159	102	0.64
	1-9	350	19	15	252	11.8	42.3	229	0.91	151	95	0.63

表 2 2

表 21 をみると押出材の引張強度は 205MPa、韌性は絞り 38%、伸び 9%である。一方で、50°C以上の温度で引き抜き加工を行った No. 1-3～1-9 では、30%以上の絞り値と 6%以上の伸び値を有している。さらに、これらの試験材は 250MPa 以上の高い引張強度、0.90 以上の YP 比、0.60 以上の $\tau_{0.2}/\tau_{max}$ 比を有しており、韌性を大きく低下させることなく、強度を向上できていることがわかる。中でも、100°C以上の温度で引き抜き加工を行った No. 1-4～1-9 は、40%以上の絞り値と 10%以上の伸び値を有しており、韌性の点で特に優れている。これに対して、引き抜き加工温度が 300°Cを超えると強度の上昇率は小さく、20°Cの室温で引き抜き加工を行った No. 1-2 は、断線のため加工できなかった。従って、50°Cから 300°C (好ましくは 100°Cから 300°C) の加工温度で、より優れた強度—韌性バランスを示す。

表 22 をみると、加工度が 5%の No. 2-2 では、引張強度、YP 比、 $\tau_{0.2}/\tau_{max}$ 比の上昇率は小さく、10%以上の加工度になると引張強度、YP 比、 $\tau_{0.2}/\tau_{max}$ 比の上昇率は大きくなっている。また、加工度が 35%の No. 2-6 では引き抜き加工はできなかった。このことから加工度 10%以上 30%以下の引き抜き加工によって韌性を低下させることなく、250MPa 以上の高い引張強度、0.9 以上の YP 比、0.60 以上の $\tau_{0.2}/\tau_{max}$ 比の優れた特性を示すことがわかる。

表 21、表 22 のいずれにおいても得られたワイヤは、長さが直径の 1000 倍以上であり、多パスの繰り返し引き抜き加工も可能であった。また、表面粗さ Rz は、10 μm 以下であった。ワイヤ表面の軸方向残留引張応力も X 線回折法により求めたところ、同応力は 80MPa 以下であった。さらに、偏径差は 0.01mm 以下であった。この偏径差は、ワイヤの同一断面における径の最大値と最小値との差である。

そして、得られたワイヤを用い、室温にてバネ外径 40mm のばね加工を行ったところ、本発明ワイヤは問題なくばね加工可能であった。

25

(実施例 16)

質量%で、Al : 4.2%、Mn : 0.50%、Si : 1.1%を含み、残部が Mg と不純物からなるマグネシウム合金 (AS41) および Al : 6.1%、Mn : 0.44%を含み、残部が Mg と不純物からなるマグネシウム合金 (AM60) の押出材 ($\phi 5.0mm$) を

用いて、 $\phi 4.5\text{mm}$ まで断面減少率 19%の穴ダイスによる加工を行った。その際の加工条件と得られたワイヤの特性を表 23 に示す。

表 23

合金種	加工温度 °C	断面減少率 %	冷却速度 °C/sec	引張強度 MPa	0.2%耐力 MPa	YP比	破断伸び %	絞り %
AS41	比較例	20	19	10	259	151	0.58	9.5
	本発明例	150	19	10	365	335	0.92	9.0
AM60	比較例	20	19	10	265	160	0.60	6.0
	本発明例	150	19	10	372	344	0.92	8.0

表 23 をみると、AS41 合金の押出材の引張強度は 259MPa、0.2%耐力は 151MPa であり、YP 比は 0.58 と低い。また、絞り 19.5%、伸び 9.5% である。

AM60 合金の押出材の引張強度も 265MPa、0.2%耐力は 160MPa であり、YP 比は 0.60 と低い。

5 一方で、150°C の温度に加熱し、引き抜き加工を行ったものは、AS41 合金、AM60 合金共に、30%以上の絞り値と 6%以上の伸び値を有しており、300MPa 以上の高い引張強度および 0.9 以上の YP 比を有しており、韌性を大きく低下させることなく、強度を向上させることができることがわかる。また、20°C の室温での引き抜き加工は、断線のため加工できなかった。

10

(実施例 17)

質量%で、Al : 4.2%、Mn : 0.50%、Si : 1.1%を含み、残部が Mg と不純物からなるマグネシウム合金 (AS41) および Al : 6.1%、Mn : 0.44%を含み、残部が Mg と不純物からなるマグネシウム合金 (AM60) の押出材 (φ 5.0mm) を用いて、150°C の加工温度にて φ 4.5mm まで断面減少率 19%の穴ダイスによる加工を行った。この加工後の冷却速度は 10°C/sec である。その際に得られたワイヤを 80°C および 200°C にて 15 分間加熱し、室温にて引張特性、結晶粒径の評価を行った。その結果を表 24 に示す。

20

表 24

合金種		加工温度 °C	引張強度 MPa	0.2%耐力 MPa	YP 比	伸び %	絞り %	結晶粒径 μm
AS41	比較例	なし	365	335	0.92	9.0	35.8	20.5
		80	363	332	0.91	9.0	35.5	20.3
	本発明例	200	330	283	0.86	18.5	48.2	3.5
	比較例	押出材	259	151	0.58	9.5	19.5	21.5
AM60	比較例	なし	372	344	0.92	8.0	32.5	19.6
		80	370	335	0.91	9.0	33.5	20.2
	本発明例	200	329	286	0.87	17.5	49.5	3.8
	比較例	押出材	265	160	0.60	6.0	19.5	19.5

線引き加工後は、引張強度、0.2%耐力、YP 比が大幅に向上している。線引き後の熱処理材の機械的特性をみると、80°C の加工温度では線引き後の特性と大きな変化はない。200°C の温度では、破断伸び、絞りとも大きく上昇していることがわかる。線引きのままの材料と比較すると、引張強度、0.2%耐力、YP 比は低下するものの、元の押出材の引張強度、0.2%耐力、YP 比を大きく上回っている。

この際に得られた結晶粒径は、表 24 に示すように 200°C の加熱温度では $5 \mu\text{m}$ 以下の微細な結晶粒となっている。また、得られたワイヤは長さが直径の 1000 倍以上であり、表面粗さ Rz は $10 \mu\text{m}$ 以下、軸方向残留引張応力は 80MPa 以下、偏径差は 0.01mm 以下であった。

また、得られたワイヤ ($\phi 4.5\text{mm}$) を用い、室温にてバネ外径 40mm のばね加工を行ったところ、本発明ワイヤは問題なくばね加工可能であった。

(実施例 18)

質量%で、Zn : 2.5%、Zr : 0.6%、RE : 2.9%を含み、残部が Mg と不純物からなるマグネシウム合金 (EZ33) の鋳造材を熱間鍛造により $\phi 5.0\text{mm}$ の棒材とし、 $\phi 4.5\text{mm}$ まで断面減少率 19%の穴ダイスによる加工を行った。その際の加工条件と得られたワイヤの特性を表 25 に示す。なお、RE にはジジムを使用している。

表 25

合金種	加工温度 ℃	断面減少率 %	冷却速度 ℃/sec	引張強度 MPa	0.2%耐力 MPa	YP比	破断伸び %	絞り %
EZ33	比較例	20	加工無し	180	121	0.67	4.0	15.2
	本発明例	150	1.9	10		加工できず		
				253	229	0.91	6.0	30.5

表 25 をみると、EZ33 合金の押出材の引張強度は 180 MPa、0.2%耐力は 5 121 MPa であり、YP 比は 0.67 と低い。また、絞りは 15.2%、伸びは 4.0% であ

四〇

(実施例 19)

質量%で、Zn : 2.5%、Zr : 0.6%、RE : 2.9%を含み、残部が Mg と不純物からなるマグネシウム合金 (EZ33) の鋳造材を熱間鍛造により ϕ 5.0mm の棒材とし、 ϕ 4.5mm まで断面減少率 19%の穴ダイスによる加工を行った。この加工後の冷却速度は 10°C/sec である。その際に得られたワイヤを 80°C および 200°C にて 15 分間加熱し、室温にて引張特性、結晶粒径の評価を行った。その結果を表 26 に示す。なお、RE にはジジムを使用している。

15

表 2 6

合金種		加工温度 ℃	引張強度 MPa	0.2%耐力 MPa	YP比	伸び %	絞り %	結晶粒径 μm
EZ33	比較例	なし	253	229	0.91	6.0	30.5	23.4
		80	251	226	0.90	7.0	31.2	21.6
	本発明例	200	225	195	0.87	16.5	42.3	4.3
	比較例	铸造+鍛造材	180	121	0.67	4.0	15.2	22.5

線引き加工後は、引張強度、0.2%耐力、YP 比が大幅に向上了している。線引き後の熱処理材の機械的特性をみると、80°C の加工温度では線引き後の特性と大きな変化はない。200°C の温度では、破断伸び、絞りとも大きく上昇していることがわかる。線引きのままの材料と比較すると、引張強度、0.2%耐力、YP 比は低下するものの、元の押出材の引張強度、0.2%耐力、YP 比を大きく上回っている。

この際に得られた結晶粒径は、表 26 に示すように 200°C の加熱温度では $5 \mu\text{m}$ 以下の微細な結晶粒となっている。また、得られたワイヤは、長さが直径の 1000 倍以上であり、表面粗さ Rz は、 $10 \mu\text{m}$ 以下、軸方向残留引張応力は 80MPa 以下、偏径差は 0.01mm 以下であった。

(実施例 20)

質量%で、Al : 1.9%、Mn : 0.45%、Si : 1.0%を含み、残部が Mg と不純物からなるマグネシウム合金 (AS21) の押出材 ($\phi 5.0\text{mm}$) を用いて、 $\phi 4.5\text{mm}$ まで断面減少率 19% の穴ダイスによる加工を行った。その際の加工条件と得られたワイヤの特性を表 27 に示す。

表 27

合金種	加工温度 ℃	断面減少率 %	冷却速度 °C/sec	引張強度 MPa	0.2%耐力 MPa	YP比	破断伸び %	絞り %
AS21	比較例 20	加工無し 19	10	215	141	0.66	10.0	35.5
	本発明例 150	19	10	325	295	0.91	9.0	45.1

加工できず

表 27 をみると、AS21 合金の押出材の引張強度は 215MPa、0.2%耐力は 141MPa であり、YP 比は 0.66 と低い。

一方で、150°C の温度に加熱し、引き抜き加工を行ったものは、40%以上の絞り値と 6%以上の伸び値を有しており、250MPa 以上の高い引張強度および 0.9 以上 YP 比を有しており、韌性を大きく低下させることなく、強度を向上させることができることがわかる。また、20°C の室温での引き抜き加工は、断線のため加工できなかった。

また、得られたワイヤは、長さが直径の 1000 倍以上であり、表面粗さ Rz は、
10 μm 以下、軸方向残留引張応力は 80MPa 以下、偏径差は 0.01mm 以下であった。
更に、得られたワイヤ（ $\phi 4.5\text{mm}$ ）を用い、室温にてバネ外径 40mm のばね加工を行ったところ、本発明ワイヤは問題なくばね加工可能であった。

(実施例 21)

質量%で、Al : 1.9%、Mn : 0.45%、Si : 1.0%を含み、残部が Mg と不純物
からなるマグネシウム合金 (AS21) の押出材 ($\phi 5.0$) を用いて、150°C の加工
温度にて $\phi 4.5\text{mm}$ まで断面減少率 19%の穴ダイスによる加工を行った。この加工
後の冷却速度は 10°C/sec である。その際に得られたワイヤを、80°C および 200°C
にて 15 分間加熱し、室温にて引張特性、結晶粒径の評価を行った。その結果を
表 28 に示す。

20

表 28

合金種		加工温度 °C	引張強度 MPa	0.2%耐力 MPa	YP 比	伸び %	絞り %	結晶粒径 μm
AS21	比較例	なし	325	295	0.91	9.0	45.1	22.1
	80	322	293	0.91	9.5	46.2	20.5	
	本発明例	200	303	263	0.87	18.0	52.5	3.8
	比較例	押出材	215	141	0.66	10.0	35.5	23.4

線引き加工後は、引張強度、0.2%耐力、YP 比が大幅に向上している。線引き

後の熱処理材の機械的特性をみると、80°Cの加工温度では線引き後の特性と大きな変化はない。200°Cの温度では、破断伸び、絞りとも大きく上昇していることがわかる。線引きのままの材料と比較すると、引張強度、0.2%耐力、YP比は低下するものの、元の押出材の引張強度、0.2%耐力、YP比を大きく上回っている。

5 この際、得られた結晶粒径は、表28に示すように200°Cの加熱温度では $5\mu\text{m}$ 以下の微細な結晶粒となっている。また、得られたワイヤは長さが直径の1000倍以上であり、表面粗さ R_z は $10\mu\text{m}$ 以下、軸方向残留引張応力は80MPa以下、偏径差は0.01mm以下であった。

10 また、得られたワイヤ（ $\phi 4.5\text{mm}$ ）を用い、室温にてバネ外径40mmのばね加工を行ったところ、本発明ワイヤは問題なくばね加工可能であった。

(実施例22)

AZ31合金の押出材（ $\phi 5.0\text{mm}$ ）を準備し、加工温度100°Cにて $\phi 4.0\text{mm}$ まで減面率36%（2パス）の引き抜き加工を行った。引き抜き加工後の冷却速度は10°C/secである。その後、100°Cから350°Cの温度にて60分の加熱処理を行い、種々のワイヤを得た。そして、そのワイヤの回転曲げ疲労強度を中村式回転曲げ疲労試験にて評価した。疲労試験は 10^7 回にて実施した。また、各試料の平均結晶粒径、軸方向残留引張応力も同時に評価を行った。その結果を表29に示す。

20

表29

合金種	加熱温度 °C	疲労強度 MPa	平均結晶粒径 μm	残留応力 MPa
AZ31	100	80	—	98
	150	110	2.2	6
	200	105	2.8	-1
	250	105	3.3	0
	300	95	6.5	2
	350	95	12.2	-3

表 29 から明らかなように、150°C以上、250°C以下の熱処理により、疲労強度は 105MPa 以上と最大となる。その際、平均結晶粒径は $4 \mu\text{m}$ 以下、軸方向残留引張応力は 10MPa 以下となっている。

また、AZ61 合金、AS41 合金、AM60 合金および ZK60 合金の押出材 ($\phi 5.0\text{mm}$)
5 を準備し、同様の評価を行った。その結果を表 30～表 33 に示す。

表 30

合金種	加熱温度 °C	疲労強度 MPa	平均結晶粒径 μm	残留応力 MPa
AZ61	100	80	—	92
	150	120	2.1	5
	200	115	2.9	3
	250	115	3.1	-3
	300	105	5.9	2
	350	105	9.9	-1

10

表 31

合金種	加熱温度 °C	疲労強度 MPa	平均結晶粒径 μm	残留応力 MPa
AS41	100	80	—	95
	150	115	2.3	6
	200	110	2.5	-2
	250	110	3.4	0
	300	100	6.2	1
	350	100	10.2	-1

表 3 2

合金種	加熱温度 ℃	疲労強度 MPa	平均結晶粒径 μm	残留応力 MPa
AM60	100	80	—	96
	150	115	2.0	5
	200	110	2.3	3
	250	110	3.2	-1
	300	100	6.1	-2
	350	100	10.5	0

表 3 3

合金種	加熱温度 ℃	疲労強度 MPa	平均結晶粒径 μm	残留応力 MPa
ZK60	100	80	—	96
	150	120	2.2	6
	200	115	2.7	2
	250	115	3.3	0
	300	105	6.2	1
	350	105	9.7	-1

いずれの合金系でも、引き抜き加工とその後の熱処理との組み合わせにより 105MPa 以上の疲労強度が得られ、150°C以上、250°C以下の熱処理により、疲労強度は最大となる。また、平均結晶粒径は $4\mu\text{m}$ 以下、軸方向残留引張応力は 10MPa 以下となっている。

産業上の利用可能性

以上説明したように、本発明ワイヤの製造方法によれば、従来困難であったマグネシウム合金の引き抜き加工が可能になり、強度と韌性に優れたマグネシウム基合金ワイヤを得ることができる。

また、本発明のマグネシウム基合金ワイヤは、高韌性で、ばね加工をはじめとする後加工が容易であり、韌性および比強度に優れる軽量材料として有効である。

従って、MD プレーヤー、CD プレーヤー、携帯電話等のフレームの補強用やスーツケースのフレームに使用されるワイヤ、その他軽量ばね、さらには自動溶接機等で使用可能な長尺の溶接線、ねじ等への有効利用が期待される。その他、構造材としても利用することが期待される。

請求の範囲

1. 質量%で、Al : 0.1～12.0%、Mn : 0.1～1.0%を含むマグネシウム基合金ワイヤであって、

5 直径 d が 0.1mm 以上 10.0mm 以下、
長さ L が 1000d 以上、
引張強度が 250MPa 以上、
絞りが 15%以上、
伸びが 6%以上であることを特徴とするマグネシウム基合金ワイヤ。

10 2. 質量%で、Al : 0.1～2.0%未満、Mn : 0.1～1.0%を含み、絞りが 40%以上、伸びが 12%以上であることを特徴とする請求項 1 に記載のマグネシウム基合金ワイヤ。

15 3. 質量%で、Al : 0.1～2.0%未満、Mn : 0.1～1.0%を含み、絞りが 30%以上、伸びが 6.0%以上 12%未満であることを特徴とする請求項 1 に記載のマグネシウム基合金ワイヤ。

4. 質量%で、Al : 2.0～12.0%、Mn : 0.1～1.0%を含み、引張強度が 300MPa 以上であることを特徴とする請求項 1 に記載のマグネシウム基合金ワイヤ。

5. 質量%で、Al : 0.1～12.0%、Mn : 0.1～1.0%を含むマグネシウム基合金であって、

20 直径 d が 1.0～10.0mm、
長さ L が 1000d 以上であり、
圧縮引張の繰り返し振幅応力を 1×10^7 回付与した場合の疲れ強さが 105MPa 以上であることを特徴とするマグネシウム基合金ワイヤ。

25 6. 質量%で、Al : 0.1～12.0%、Mn : 0.1～1.0%を含むマグネシウム基合金ワイヤであって、

YP 比が 0.75 以上であることを特徴とするマグネシウム基合金ワイヤ。

7. 質量%で、Al : 0.1～2.0%未満、Mn : 0.1～1.0%を含み、YP 比が 0.75 以上 0.90 未満であることを特徴とする請求項 6 に記載のマグネシウム基合金ワイヤ。

8. 質量%で、Al : 0.1～2.0%未満、Mn : 0.1～1.0%を含み、YP 比が 0.90 以上であることを特徴とする請求項 6 に記載のマグネシウム基合金ワイヤ。

9. 質量%で、Al : 2.0～12.0%、Mn : 0.1～1.0%を含み、YP 比が 0.75 以上 0.90 未満であることを特徴とする請求項 6 に記載のマグネシウム基合金ワイヤ。

5

10. 質量%で、Al : 2.0～12.0%、Mn : 0.1～1.0%を含み、YP 比が 0.90 以上であることを特徴とする請求項 6 に記載のマグネシウム基合金ワイヤ。

11. 質量%で、Al : 0.1～12.0%、Mn : 0.1～1.0%を含むマグネシウム基合金ワイヤであって、

10 捻り試験における 0.2%耐力 $\tau_{0.2}$ の最大せん断応力 τ_{max} に対する比: $\tau_{0.2}/\tau_{max}$ が 0.50 以上であることを特徴とするマグネシウム基合金ワイヤ。

12. 質量%で、Al : 0.1～2.0%未満、Mn : 0.1～1.0%を含み、捻り試験における 0.2%耐力 $\tau_{0.2}$ の最大せん断応力 τ_{max} に対する比: $\tau_{0.2}/\tau_{max}$ が 0.50 以上 0.60 未満であることを特徴とする請求項 11 に記載のマグネシウム基合金ワイヤ。

15

13. 質量%で、Al : 0.1～2.0%未満、Mn : 0.1～1.0%を含み、捻り試験における 0.2%耐力 $\tau_{0.2}$ の最大せん断応力 τ_{max} に対する比: $\tau_{0.2}/\tau_{max}$ が 0.60 以上であることを特徴とする請求項 11 に記載のマグネシウム基合金ワイヤ。

14. 質量%で、Al : 2.0～12.0%、Mn : 0.1～1.0%を含み、捻り試験における 0.2%耐力 $\tau_{0.2}$ の最大せん断応力 τ_{max} に対する比: $\tau_{0.2}/\tau_{max}$ が 0.50 以上 0.60 未満であることを特徴とする請求項 11 に記載のマグネシウム基合金ワイヤ。

15. 質量%で、Al : 2.0～12.0%、Mn : 0.1～1.0%を含み、捻り試験における 0.2%耐力 $\tau_{0.2}$ の最大せん断応力 τ_{max} に対する比: $\tau_{0.2}/\tau_{max}$ が 0.60 以上であることを特徴とする請求項 11 に記載のマグネシウム基合金ワイヤ。

25

16. 質量%で、Al : 0.1～12.0%、Mn : 0.1～1.0%を含むマグネシウム基合金ワイヤであって、

ワイヤを構成する合金の結晶粒径が $10 \mu m$ 以下であることを特徴とするマグネシウム基合金ワイヤ。

17. 質量%で、Al : 0.1～2.0%未満を含有することを特徴とする請求

項 16 に記載のマグネシウム基合金ワイヤ。

18. 質量%で、Al : 2.0~12.0%を含有することを特徴とする請求項 16 に記載のマグネシウム基合金ワイヤ。

19. ワイヤを構成する合金の結晶粒径が $5 \mu\text{m}$ 以下であることを特徴とする請求項 16 に記載のマグネシウム基合金ワイヤ。

20. 質量%で、Al : 0.1~12.0%、Mn : 0.1~1.0%を含むマグネシウム基合金ワイヤであって、

ワイヤを構成する合金の結晶粒径が、微細な結晶粒と粗大な結晶粒の混粒組織であることを特徴とするマグネシウム基合金ワイヤ。

21. 微細な結晶粒が $3 \mu\text{m}$ 以下の平均粒径で、粗大な結晶粒が $15 \mu\text{m}$ 以上の平均粒径であることを特徴とする請求項 20 に記載のマグネシウム基合金ワイヤ。

22. $3 \mu\text{m}$ 以下の平均粒径を有する結晶粒の面積率が、全体の 10%以上であることを特徴とする請求項 20 記載のマグネシウム基合金ワイヤ。

23. 質量%で、Al : 0.1~2.0%未満を含有することを特徴とする請求項 20~22 のいずれかに記載のマグネシウム基合金ワイヤ。

24. 質量%で、Al : 2.0~12.0%を含有することを特徴とする請求項 20~22 のいずれかに記載のマグネシウム基合金ワイヤ。

25. 質量%で、Al : 0.1~12.0%、Mn : 0.1~1.0%を含むマグネシウム基合金ワイヤであって、

ワイヤ表面の表面粗さが $Rz \leq 10 \mu\text{m}$ であることを特徴とするマグネシウム基合金ワイヤ。

26. 質量%で、Al : 0.1~12.0%、Mn : 0.1~1.0%を含むマグネシウム基合金ワイヤであって、

27. ワイヤ表面の軸方向残留引張応力が 80MPa 以下であることを特徴とするマグネシウム基合金ワイヤ。

28. 更に Zn : 0.5~2.0 質量%および Si : 0.3~2.0 質量%から選択さ

れる元素を 1 種以上含むことを特徴とする請求項 1～27 のいずれかに記載のマグネシウム基合金ワイヤ。

29. 更に Zn : 0.5～2.0 質量%を含み、残部が Mg および不純物であることを特徴とする請求項 1～27 のいずれかに記載のマグネシウム基合金ワイヤ。

5 30. 質量%で、Zn : 1.0～10.0%、Zr : 0.4～2.0%を含むマグネシウム基合金ワイヤであって、

直径 d が 0.1mm 以上 10.0mm 以下、

長さ l が 1000d 以上、

引張強度が 300MPa 以上、

10 絞りが 15%以上、

伸びが 6%以上であることを特徴とするマグネシウム基合金ワイヤ。

31. 質量%で、Zn : 1.0～10.0%、Zr : 0.4～2.0%を含むマグネシウム基合金ワイヤであって、

直径 d が 1.0～10.0mm、

15 長さ l が 1000d 以上であり、

圧縮引張の繰り返し振幅応力を 1×10^7 回付与した場合の疲れ強さが 105MPa 以上であることを特徴とするマグネシウム基合金ワイヤ。

32. 質量%で、Zn : 1.0～10.0%、Zr : 0.4～2.0%を含むマグネシウム基合金ワイヤであって、

20 ワイヤを構成する合金の結晶粒径が $10 \mu\text{m}$ 以下であることを特徴とするマグネシウム基合金ワイヤ。

33. ワイヤを構成する合金の結晶粒径が $5 \mu\text{m}$ 以下であることを特徴とする請求項 32 に記載のマグネシウム基合金ワイヤ。

34. 質量%で、Zn : 1.0～10.0%、Zr : 0.4～2.0%を含むマグネシウム基合金ワイヤであって、

ワイヤを構成する合金の結晶粒径が、微細な結晶粒と粗大な結晶粒の混粒組織であることを特徴とするマグネシウム基合金ワイヤ。

35. 微細な結晶粒が $3 \mu\text{m}$ 以下の平均粒径で、粗大な結晶粒が $15 \mu\text{m}$ 以上の平均粒径であることを特徴とする請求項 34 に記載のマグネシウム基合金ワ

イヤ。

3 6. $3 \mu\text{m}$ 以下の平均粒径を有する結晶粒の面積率が、全体の 10%以上であることを特徴とする請求項 35 に記載のマグネシウム基合金ワイヤ。

3 7. 質量%で、Zn : 1.0~10.0%、Zr : 0.4~2.0%を含むマグネシウム基合金ワイヤであって、

ワイヤ表面の表面粗さが $Rz \leq 10 \mu\text{m}$ であることを特徴とするマグネシウム基合金ワイヤ。

3 8. 質量%で、Zn : 1.0~10.0%、Zr : 0.4~2.0%を含むマグネシウム基合金ワイヤであって、

10 ワイヤ表面の軸方向残留引張応力が 80MPa 以下であることを特徴とするマグネシウム基合金ワイヤ。

3 9. ワイヤ表面の軸方向残留引張応力が 10MPa 以下であることを特徴とする請求項 38 に記載のマグネシウム基合金ワイヤ。

4 0. 質量%で、Zn : 1.0~10.0%、Zr : 0.4~2.0%を含むマグネシウム基合金ワイヤであって、

YP 比が 0.90 以上であることを特徴とするマグネシウム基合金ワイヤ。

4 1. 質量%で、Zn : 1.0~10.0%、Zr : 0.4~2.0%を含むマグネシウム基合金ワイヤであって、

YP 比が 0.75 以上 0.90 未満あることを特徴とするマグネシウム基合金ワイヤ。

20 4 2. 質量%で、Zn : 1.0~10.0%、Zr : 0.4~2.0%を含むマグネシウム基合金ワイヤであって、

捻り試験における 0.2%耐力 $\tau_{0.2}$ の最大せん断応力 τ_{\max} に対する比 $\tau_{0.2} / \tau_{\max}$ が、0.60 以上であることを特徴とするマグネシウム基合金ワイヤ。

4 3. 質量%で、Zn : 1.0~10.0%、Zr : 0.4~2.0%を含むマグネシウム基合金ワイヤであって、

捻り試験における 0.2%耐力 $\tau_{0.2}$ の最大せん断応力 τ_{\max} に対する比 $\tau_{0.2} / \tau_{\max}$ が、0.50 以上 0.60 未満であることを特徴とするマグネシウム基合金ワイヤ。

4 4. さらに、Mn : 0.5~2.0%を含むことを特徴とする請求項 30~43 のいずれかに記載のマグネシウム基合金ワイヤ。

45. 質量%で、Zn : 1.0～10.0%、希土類元素 : 1.0～3.0%を含むマグネシウム基合金ワイヤであって、

直径 d が 0.1mm 以上 10.0mm 以下、

長さ L が 1000d 以上、

5 引張強度が 220MPa 以上、

絞りが 15%以上、

伸びが 6%以上であることを特徴とするマグネシウム基合金ワイヤ。

46. 質量%で、Zn : 1.0～10.0%、希土類元素 : 1.0～3.0%を含むマグネシウム基合金ワイヤであって、

10 ワイヤを構成する合金の結晶粒径が 10 μm 以下であることを特徴とするマグネシウム基合金ワイヤ。

47. ワイヤを構成する合金の結晶粒径が 5 μm 以下であることを特徴とする請求項 46 に記載のマグネシウム基合金ワイヤ。

48. 質量%で、Zn : 1.0～10.0%、希土類元素 : 1.0～3.0%を含むマグネシウム基合金ワイヤであって、

ワイヤ表面の表面粗さが Rz ≤ 10 μm であることを特徴とするマグネシウム基合金ワイヤ。

49. 質量%で、Zn : 1.0～10.0%、希土類元素 : 1.0～3.0%を含むマグネシウム基合金ワイヤであって、

20 ワイヤ表面の軸方向残留引張応力が 80MPa 以下であることを特徴とするマグネシウム基合金ワイヤ。

50. 質量%で、Zn : 1.0～10.0%、希土類元素 : 1.0～3.0%を含むマグネシウム基合金ワイヤであって、

YP 比が 0.90 以上であることを特徴とするマグネシウム基合金ワイヤ。

25 51. 質量%で、Zn : 1.0～10.0%、希土類元素 : 1.0～3.0%を含むマグネシウム基合金ワイヤであって、

YP 比が 0.75 以上 0.90 未満であることを特徴とするマグネシウム基合金ワイヤ。

52. 質量%で、Zn : 1.0～10.0%、希土類元素 : 1.0～3.0%を含むマグネシウム基合金ワイヤであって、

捻り試験における 0.2%耐力 $\tau_{0.2}$ が 165MPa 以上であることを特徴とするマグネシウム基合金ワイヤ。

5 3. ワイヤの横断面形状が、非円形断面であることを特徴とする請求項 1～52 のいずれかに記載のマグネシウム基合金ワイヤ。

5 4. 直径が 0.8～4.0mm の溶接線であることを特徴とする請求項 1～52 のいずれかに記載のマグネシウム基合金ワイヤ。

5 5. ワイヤの偏径差が 0.01mm 以下であることを特徴とする請求項 1～52、54 のいずれかに記載のマグネシウム基合金ワイヤ。

5 6. 請求項 1～53、55 のいずれかに記載のマグネシウム基合金ワイヤをばね加工したことを特徴とするマグネシウム基合金ばね。

5 7. 下記の (A)～(E) のいずれかの化学成分からなるマグネシウム基合金の原料母材を用意する工程と、

(A) 質量%で、Al : 0.1～12.0%、Mn : 0.1～1.0%を含むマグネシウム基合金母材。

15 (B) 質量%で、Al : 0.1～12.0%、Mn : 0.1～1.0%を含み、さらに Zn : 0.5～2.0%、Si : 0.3～2.0%から選択される元素を 1 種以上含むマグネシウム基合金母材

(C) 質量%で、Zn : 1.0～10.0%、Zr : 0.4～2.0%を含むマグネシウム基合金母材

20 (D) 質量%で、Zn : 1.0～10.0%、Zr : 0.4～2.0%を含み、さらに Mn : 0.5～2.0%を含むマグネシウム基合金母材

(E) 質量%で、Zn : 1.0～10.0%、希土類元素 : 1.0～3.0%を含むマグネシウム基合金母材

上記原料母材を引き抜き加工することで線状に加工する工程とを具えることを特徴とするマグネシウム基合金ワイヤの製造方法。

25 5 8. 引き抜き加工温度が 50°C 以上 200°C 以下であることを特徴とする請求項 57 に記載のマグネシウム基合金ワイヤの製造方法。

5 9. 一回の引き抜き加工における断面減少率が 10% 以上であることを特徴とする請求項 57 に記載のマグネシウム基合金ワイヤの製造方法。

6 0. 引き抜き加工におけるトータルの断面減少率が 15% 以上であるこ

とを特徴とする請求項 57 に記載のマグネシウム基合金ワイヤの製造方法。

6 1. 引き抜き加工の線速が 1m/min 以上であることを特徴とする請求項 57 に記載のマグネシウム基合金ワイヤの製造方法。

6 2. 引き抜き加工温度への昇温速度が 1°C/sec～100°C/sec であることを特徴とする請求項 57 に記載のマグネシウム基合金ワイヤの製造方法。

6 3. 引き抜き加工を穴ダイスまたはローラダイスにより行うことを特徴とする請求項 57 に記載のマグネシウム基合金ワイヤの製造方法。

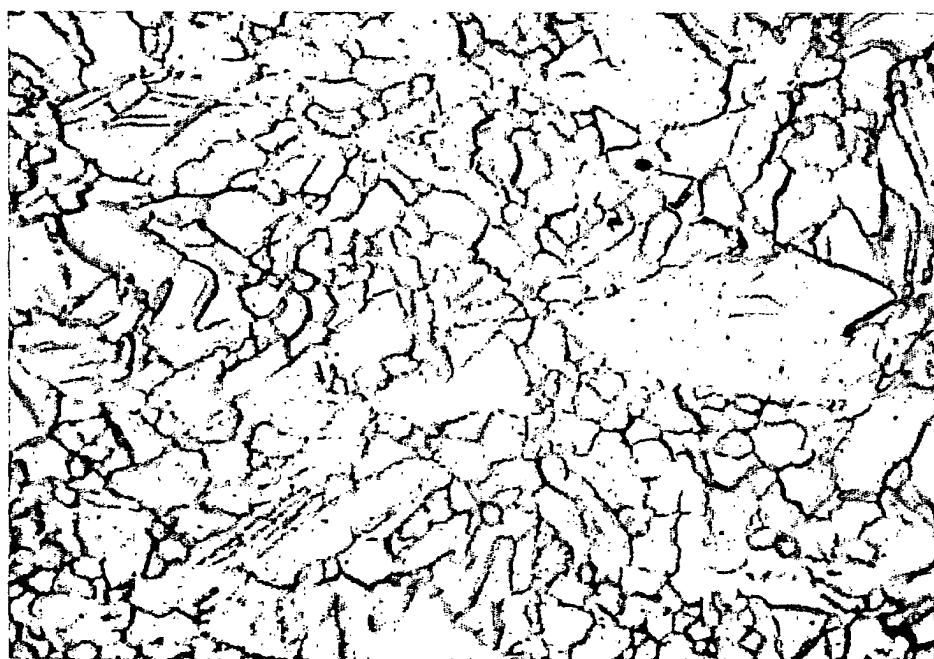
6 4. 引き抜き加工は複数の穴ダイスまたはローラダイスを用いて多段階に行うことを行うことを特徴とする請求項 57 に記載のマグネシウム基合金ワイヤの製造方法。

6 5. 引き抜き加工を施した後、得られた線状体を 100°C 以上 300°C 以下の温度に加熱することを特徴とする請求項 57 に記載のマグネシウム基合金ワイヤの製造方法。

6 6. 引き抜き加工を 50°C 未満で行うことを行うことを特徴とする請求項 57 に記載のマグネシウム基合金ワイヤの製造方法。

1 / 1

FIG.1



10 μ m

差替え用紙(規則26)

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP02/04759

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER
Int.Cl⁷ C22C23/02, C22F1/06, B21C1/00

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)
Int.Cl⁷ C22C23/00-23/06, 45/00-45/10, C22F1/06, B21C1/00-19/00Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched
Jitsuyo Shinan Koho 1926-1996 Toroku Jitsuyo Shinan Koho 1994-2002
Kokai Jitsuyo Shinan Koho 1971-2002 Jitsuyo Shinan Toroku Koho 1996-2002

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X A	JP 3-87339 A (Ken MASUMOTO), 12 April, 1991 (12.04.91), Claims; page 2, upper left column, line 1 to upper right column, line 5; Fig. 2 (Family: none)	57, 59-64, 66 1-56, 58, 65
A	JP 9-279286 A (Ube Industries, Ltd.), 28 October, 1997 (28.10.97), Claims (Family: none)	1-66
A	JP 2000-160407 A (Gunze Ltd.), 13 June, 2000 (13.06.00), Claims (Family: none)	1-66

 Further documents are listed in the continuation of Box C. See patent family annex.

* Special categories of cited documents: "A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance "E" earlier document but published on or after the international filing date "L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified) "O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means "P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed	"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention "X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone "Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art "&" document member of the same patent family
---	--

Date of the actual completion of the international search
13 August, 2002 (13.08.02)Date of mailing of the international search report
27 August, 2002 (27.08.02)Name and mailing address of the ISA/
Japanese Patent Office

Authorized officer

Facsimile No.

Telephone No.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.
PCT/JP02/04759

C (Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
E, A	JP 2001-269746 A (Kurimoto Ltd.), 02 October, 2001 (02.10.01), Claims; column 3, lines 13 to 23 (Family: none)	1-66

A. 発明の属する分野の分類（国際特許分類（IPC））

Int. C17 C22C23/02, C22F1/06, B21C1/00

B. 調査を行った分野

調査を行った最小限資料（国際特許分類（IPC））

Int. C17 C22C23/00-23/06, 45/00-45/10,
C22F1/06, B21C1/00-19/00

最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの

日本国実用新案公報 1926-1996年
 日本国公開実用新案公報 1971-2002年
 日本国登録実用新案公報 1994-2002年
 日本国実用新案登録公報 1996-2002年

国際調査で使用した電子データベース（データベースの名称、調査に使用した用語）

C. 関連すると認められる文献

引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求の範囲の番号
X	JP 3-87339 A(増本健) 1991.04.12 特許請求の範囲 ,	57, 59-64, 66
A	第2頁左上欄第1行-右上欄第5行, 第2図(ファミリーなし)	1-56, 58, 65
A	JP 9-279286 A(宇部興産株式会社) 1997.10.28 特許請求の範囲 (ファミリーなし)	1-66
A	JP 2000-160407 A(グンゼ株式会社) 2000.06.13 特許請求の範囲 (ファミリーなし)	1-66
E, A	JP 2001-269746 A(株式会社栗本鐵工所) 2001.10.02 特許請求の範囲, 第3欄第13-23行 (ファミリーなし)	1-66

 C欄の続きにも文献が列挙されている。 パテントファミリーに関する別紙を参照。

* 引用文献のカテゴリー

「A」特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの

「E」国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの

「L」優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献（理由を付す）

「O」口頭による開示、使用、展示等に言及する文献

「P」国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願

の日の後に公表された文献

「T」国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの

「X」特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの

「Y」特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの

「&」同一パテントファミリー文献

国際調査を完了した日

13. 08. 02

国際調査報告の発送日

27.08.02

国際調査機関の名称及びあて先

日本国特許庁 (ISA/JP)

郵便番号 100-8915

東京都千代田区霞が関三丁目4番3号

特許庁審査官（権限のある職員）

小川 武

印

4K 9270

電話番号 03-3581-1101 内線 3435

This Page Blank (uspto)